ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

R. FRESENIUS

125. BAND

ELFTES UND ZWÖLFTES HEFT

MIT 11 ABBILDUNGEN IM TEXT

MÜNCHEN
VERLAG VON J. F. BERGMANN
1943

Z. anal. Chem.

Band 125

Inhaltsverzeichnis

Heft 11 u. 12

Originalabhandlungen

Seite

Schleicher, A., Über Arbeit und Leistung colorimetrischer Methoden (mit 4 Abbildungen) 385

Kraus, R., Luftfreies Kohlendioxyd aus dem Kippschen Apparat für die Stickstoff-Bestimmung nach Dumas 405

Karaoglanov, Z., Über das rhodantitrimetrische Verfahren zur Bestimmung des Quecksilbers 406

Niculescu, M. und **Căplescu, N.,** Eine neue volumetrische Methode zur Glucosebestimmung 416

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagenzien.

Literatur (G. Kortüm. R. Brill. A. Eucken. J. Lange. H. A. Stuart. Werner Schulze. Erich Müller. F. Gössler. W. Wittenberger. H. Remy. R. Schwarz) 424

Destillation, Extraktion (H. Vigreux. S. A. Shrader und J. E. Ritzer. G. Nottes) [mit 3 Abbildungen] 428

Heizgerät (H. Kirby) 431

II. Chemische Analyse anorganischer Stoffe.

Literatur (H. Remy. R. Fresenius und G. Jander. E. Wiberg. Hellmut Fischer, A. v. Unruh und F. Kurz. G. Rienäcker. K. Lang. A. Brukl. A. Faessler. O. Erbacher. Heinrich Biltz und Wilhelm Biltz. W. Klemm) 432

Maßanalytische Eisenbestimmung (H. Blumenthal. Fachgruppe für analytische Chemie des Vereins Deutscher Chemiker) 435

Mikroanalyse der Alkalimetalle (H. A. Frediani. R. Lindner und P. L. Kirk. B. Holmes und P. L. Kirk. H. A. Frediani und L. Gamble. I. M. Korenman und G. I. Jagnjatinskaja. E. B. Lisle) 438

Mikroanalyse der Erdalkalimetalle (A. E. Sobel und I. A. Kaye. C. P. Sideris) 443

Mikrochemie der Edelmetalle (H. J. Fraser) 444

III. Chemische Analyse organischer Stoffe.

Literatur (L. Kofler. Adelheid Kofler) 453

1. Elementaranalyse.

Gleichzeitiger Nachweis von Stickstoff, Schwefel und Halogen in organischen Substanzen durch Hydrierung (A. Slooff und D. van Duyn) [mit 1 Abbildung] 453

2. Qualitative und quantitative Analyse.

Organische Säuren (W. H. Stein, C. Niemann und M. Bergmann. J. D. Reid und H. D. Weihe) [mit 3 Abbildungen] 454

Fortsetzung III. Umschlagseite

Analyse

von

Spurenbeimengungen der Luft

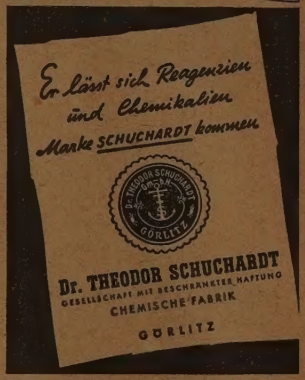
mit der

Pfeiffer 'schen

Luftuntersuchungs-apparatur

nach **Dr. H. Cauer**

Arthur Pfeiffer · Wetzlar E 34



Zur Zeit ist

Anzeigen-Preisliste

Nr. 3 gültig

Chemiker und Chemikerinnen, die durch ihre Leistungen vorwärts kommen wollen, gehen in ein Werk der chemischen Großindustrie. Bewerber aus der Mineralölbranche werden bevorzugt. Ausführliche Angebote mit handschriftlichem Lebenslauf, Zeugnisabschriften usw. erbeten unter **Nr. OS 5693** an Werbegesellschaft H. L. Riese K. G., Berlin W 8, Unter den Linden 43—45.

Lichtelektrisches Kolorimeter

Völlig objektiv.

Meßwert am Zeigerinstrument sofort ablesbar.

Neues Modell III mit Multiflex-Galvanometer.

Verlangen Sie unsere neue Kolorimeterbroschüre.

DR. B. LANGE

Spezialfabrik

lichtelektrischer Zellen und Apparate.

Berlin-Zehlendorf-W, Hermannstraße 14/18.

Membranfilter

nach Prof. Zsigmondy in jeder Porenweite für

MEMBRANFILTER

Filtration . Elektrofiltration

Dialyse . Elektrodialyse

Osmose . Elektroosmose

Membran-Apparaturen

MEMBRANFILTER-GESELLSCHAFT, GOTTINGEN

Rosenthal
Laboratoriums-
PORZELLANE
Der fortschrittliche Chemiker verwendet sie mit Vorliebe
Zu haben in allen Fachgeschäften
Preisliste auf Wunsch
ROSENTHAL-PORZELLAN
Aktiengesellschaft · Abt. C. Marktredwitz/Bayr. Ostm.

E. Merck

Dies ist die Unterschrift
von Emanuel Merck,
der 1827 die Chemische Fabrik
gleichen Namens gründete.
Sie bürgt für Reinheit
und höchste Zuverlässigkeit
aller Arzneimittel,
Chemikalien und Hilfsstoffe,
die aus dem Darmstädter
Werk in die Welt hinausgehen.

Carl Lang & Grosser G. m. b. H.,
Düren (Rhld.)
Spezialfabrik für Filtrierpapiere
liefern **Filtrierpapiere,**
Rund- und Faltenfilter,
aschenfreie Filter
in ganz hervorragender, gleichbleibender Güte.

MARS-LUMOGRAPH
STAEDTLER

Mikrochemisches Institut
Techn. Hochschule
München

Über Arbeit und Leistung colorimetrischer Methoden.

Von

A. Schleicher, Aachen.

Anorganisches und elektrochemisches Laboratorium der Technischen Hochschule.

[Eingegangen am 6. November 1942.]

A. Die Arbeit colorimetrischer Methoden.

Wie bei allen analytisch genutzten Verfahren besteht die Arbeit des zugrundeliegenden Vorganges aus zwei wesentlichen Faktoren, dem der Kapazität der erfaßten Menge und dem der Intensität des Konzentrationsgefälles bzw. der Differenz der natürlichen Logarithmen der Ausgangs- und der Endkonzentration. Bei den colorimetrischen Methoden werden durch den Vergleich mit den bekannten Konzentrationen der sogenannten Standards die unbekannten Konzentrationen der Analysenproben unmittelbar ermittelt, aus welchen sich die vorliegenden Absolutmengen berechnen lassen. Bei den zumeist mit größeren Mengen operierenden gravimetrischen und titrimetrischen Verfahren (Makroverfahren) wird die Absolutmenge primär gefunden, und es kann dann die gesuchte Konzentration in der Probe durch Rechnung ermittelt werden.

Diese Arbeitsermittlung setzt die Konzentrationsbestimmung am Ende des chemischen Vorganges voraus, da nach der Formel:

$$R \cdot T \quad \ldots$$

Um das Erscheinen des vorliegenden Heftes und der ersten Hefte des Bandes 126 nicht zu verzögern, wird das Namen- und Sach-Verzeichnis für den Band 125 erst mit einem der nächsten Hefte des Bandes 126 erscheinen.

[1]) A. Schleicher, Ztschrft. f. Elektrochem. 48, 173 (1942).

Gleichwohl kann man zu dem gesuchten Wert gelangen, wenn man den Erfassungsgrenzwert des colorimetrischen Verfahrens, die Nachweisempfindlichkeit[1]), als den Wert der Endkonzentration bei allen unter gleichen Bedingungen ausgeführten Bestimmungen einsetzt. Unter der Nachweisempfindlichkeit versteht der Verfasser das Mengenminimum eines bestimmten Volumens oder das Volumenmaximum einer bestimmten Menge, also $E_N = v/\gamma_{min}$ oder v_{max}/γ.

Voraussetzung dafür ist aber, daß das Beer-Lambertsche Gesetz sowohl für die Bestimmung als auch für den Nachweis gilt bzw. der Analysenfehler nach A. Ringbom[2]) berücksichtigt werden kann. Da jedoch dieser je nach der Größe der Absorption ein unterschiedlicher ist, muß in die obige Formel (1) noch der Mittelwert des Fehlers als Quotient eingesetzt werden, um der Genauigkeit der Bestimmung gerecht zu werden. Bezeichnet f_m diesen Mittelwert, so ist Formel (1) zu erweitern in:

$$A_n = \frac{R \cdot T}{n \cdot F} \cdot \frac{g}{f_m} \cdot \ln \frac{c_A}{c_E} \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (2),$$

d. h. also, daß die Arbeit um so größer wird, je kleiner der Analysenfehler ist.

B. Die Leistung colorimetrischer Methoden.

Wie bei anderen physikalischen Methoden der analytischen Chemie, so spielt auch bei den colorimetrischen die Dauer eine hervorragende Rolle, so daß sich die Bewertung der colorimetrischen Verfahren nach der in der Zeiteinheit geleisteten Arbeit fast von selbst aufdrängt. Auch dieser Faktor ist formelmäßig in den Nenner zu setzen, so daß L_n, die genutzte Leistung, aus der Gleichung

$$L_n = \frac{R \cdot T}{n \cdot F} \cdot \frac{g}{t \cdot f_m} \cdot \ln \frac{c_A}{c_E} \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (3)$$

folgt, wenn t die Dauer der Bestimmung in Minuten bezeichnet.

C. Nachweis- und Bestimmungsempfindlichkeit.

Sind mit diesen Formeln die Arbeit und die Leistung colorimetrischer Methoden wohl gegeben, so ist damit jedoch ihre Verwendung noch nicht möglich. Die Bedingung der Gültigkeit des Beer-Lambertschen Gesetzes für den Nachweis wie auch für die Bestimmung bedarf der Feststellung des Bereiches der Konzentrationen, innerhalb welcher eben diese Gesetzmäßigkeit zu Recht besteht. Unter Bestimmungsempfindlichkeit versteht der Verfasser den oberen Grenzwert der Empfindlichkeit, der durch das Maximum an Farbintensität und zugleich auch an erfaßter Menge gegeben ist. Es setzt dem Verfahren eine obere Grenze. E_B, die Bestimmungempfindlichkeit ist aber um so größer, je größer diese erfaß-

[1]) A. Schleicher, diese Ztschrft. **121**, 86 (1941). — [2]) Diese Ztschrft. **115**, 332 (1938/39).

bare Menge ist. Wollte man E_B in der gleichen Weise formulieren wie E_N, so würde man um so kleinere Zahlenwerte erhalten, je größer die erfaßte Menge wäre. Daher hat der Verfasser[1]) vorgeschlagen, für die Bestimmungsempfindlichkeit nicht die Verdünnung, sondern ihren reziproken Wert, die Konzentration, zu wählen und E_B zu formulieren:

$$E_B = g_{max}/v \text{ oder } g/v_{min}.$$

Damit ergibt sich die experimentelle Aufgabe, von den colorimetrischen Methoden den Gültigkeitsbereich des Beer-Lambertschen Gesetzes zu bestimmen und weiterhin durch Ermittlung der Nachweisempfindlichkeit festzustellen, ob diese noch in diesen Bereich fällt oder ob sie ihn überschreitet. Alsdann lassen sich Arbeit und Leistung des Verfahrens ermitteln, und es wird in ihnen ein Ausdruck gefunden, welcher der praktischen Bewertung jener Methoden entspricht. Denn in ihm versinnbildlicht $g - \gamma$ die durch sie erfaßbare maximale Menge an Stoff, c_A die Konzentration der Bestimmungsempfindlichkeit, c_E die des Nachweises, f_m den Mittelwert des Fehlers und t den Zeitverbrauch je Bestimmung.

Noch einfacher wird die Formel, wenn man die Konzentrationsformel für die Nachweis- und die Bestimmungsempfindlichkeit einsetzt. Sie geht dann über in:

$$A_n = \frac{R \cdot T}{n \cdot F} \cdot \frac{g - \gamma}{f_m} \cdot \ln \frac{g}{\gamma} \text{ und } L_n = \frac{R \cdot T}{n \cdot F} \cdot \frac{g - \gamma}{t \cdot f_m} \cdot \ln \frac{g}{\gamma} \quad (4),$$

worin g und γ nur zur Unterscheidung der Größe der erfaßten Mengen unterschiedlich gewählt wurden. Beide werden aber für die Berechnung in γ, also in 10^{-6} Gramm, eingesetzt. Ist beispielsweise die erfaßbare maximale Menge 100mal größer als die minimale, so hat der ganze 3. Faktor der beiden Formeln die Größe 2, wenn man sich der Einfachheit halber des dekadischen statt des natürlichen Logarithmus bedient. Die Größe von t endlich ist abhängig einmal von der Geschwindigkeit des chemischen Umsatzes, der zumeist wohl unmeßbar klein ist, zum anderen aber ist die Größe von t abhängig von der Dauer des Verfahrens, wie sich dies in einzelnen Fällen bei den unten aufgeführten Beispielen zeigen läßt. Drittens aber ist die Größe von t bedingt durch die Zahl der Standards, deren Wert unbedingt ermittelt werden muß, um die Beziehung zwischen Absorption oder Extinktion und Konzentration zu gewinnen. Soweit aber das Beer-Lambertsche Gesetz Gültigkeit besitzt, soweit bei konstanter Schichtdicke gearbeitet wird, ist die Konstanz des Extinktionskoeffizienten genügend, um mit Hilfe eines einzelnen oder zweier Standards diese Größe zu bestimmen. Liegen alsdann ganze Serien von Proben zur Bestimmung vor, so verringert sich t nahezu bis zur Dauer einer einzelnen Bestimmung, welche im allgemeinen 3 Min. beträgt.

[1]) Diese Ztschrft. **121**, 187 (1941).

D. Der Mittelwert des Analysenfehlers.

Bei den objektiven Methoden gilt nach Ringbom[1]) für den 1%igen Analysenfehler die Gleichung:

$$\frac{\frac{dc}{c} \cdot 100}{dJ} = -\frac{43{,}4}{J \cdot Ex} = -\frac{43{,}4}{J \cdot \log \frac{100}{J}} \quad . \quad . \quad . \quad (5),$$

worin J die prozentuale Lichtdurchlässigkeit (100 – Absorption in Prozent) und Ex die Extinktion bedeuten. Der geringste Fehler beträgt für einen Meßfehler von $\pm$ 1% den Wert von $\pm$ 2,72% entsprechend einer Absorption von 63,2%. Für andere Lichtdurchlässigkeiten sind die nach derselben Gleichung berechneten Fehler andere. Somit ist der Mittelwert des Analysenfehlers durch Integration zu errechnen.

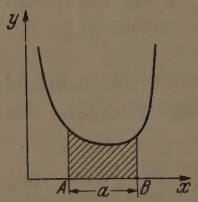


Abb. 38.

Abb. 38 stellt eine Wiederholung der von Ringbom ermittelten graphischen Darstellung des Fehlers als Funktion der Absorption dar. In ihr bezeichnet y die Größe des Ausdrucks auf der linken Seite der Gleichung (5), x die prozentuale Lichtabsorption, während A, B und a die Grenzwerte der Absorption für die Gültigkeit des Beer-Lambertschen Gesetzes bzw. deren Differenz darstellen.

Der Mittelwert folgt aus der Fläche, welche die Fehlerkurve in Intervallen mit der x-Achse bildet, dividiert durch den Absorptionsbereich:

$$f_m = \frac{\int_A^B y \cdot dx}{a} \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (6).$$

Integriert man nach dJ, so erhält man:

$$\int y \cdot dJ = 100 \cdot \ln\left(\ln \frac{100}{J}\right) \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (7)$$

und auf den dekadischen Logarithmus umgerechnet:

$$\int y \cdot dJ = 230{,}3 \cdot \log\left(2{,}303 \cdot \log \frac{100}{J}\right) \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (8).$$

In Gleichung (6) eingesetzt, folgt für den Mittelwert die Formel:

$$f_m = \frac{\int_A^B y \cdot dJ}{a} \% \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (9).$$

---

[1]) a. a. O., S. 335.

E. Die Durchführung der Messungen.

Bei der Durchführung der Messungen bedienten wir uns eines Langeschen lichtelektrischen Colorimeters sowie der Methoden zur Kupferbestimmung, wie sie in dessen Buch „Colorimetrische Analyse" (1941) angegeben sind, soweit nicht Abweichungen besonders erwähnt werden. Die Messungsergebnisse werden in den folgenden Tabellen wiedergegeben. In ihnen bedeutet c die Konzentration, p_{Cu} den negativen Logarithmus derselben, Abs. die Absorption, Ex. die Extinktion und f den Faktor, welcher aus c/Ex. errechnet wird und den reziproken Wert von $\alpha \cdot s$ darstellt, in welchem Produkt α gleich dem Extinktionskoeffizienten und s gleich der Schichtdicke ist.

Die Konstanz dieses Faktors geht leicht aus den Zahlenwerten hervor und ist auch graphisch leicht zu erkennen. Um aber diese Konstanz zu charakterisieren, haben wir jeweils das arithmetische Mittel errechnet und es als D, den Durchschnittswert, bezeichnet. Die Differenz der Einzelwerte zu D stellt alsdann die gewünschte Charakteristik dar. Schließlich finden sich auch Angaben über die Empfindlichkeiten, bezogen auf jeweils 100 *ccm*, unterhalb der Tabellen.

F. Die Durchführung der Berechnung.

Zur Durchführung der Berechnung für die Arbeit und die Leistung ist die Formel (9) bzw. (8) in die Gleichung (4) einzusetzen, nachdem auch deren 3. Faktor in den dekadischen Logarithmus übergeführt worden ist. Gleichung (8) wird für die beiden Grenzwerte der Lichtdurchlässigkeit des konstanten Faktors errechnet und ihre Differenz eingesetzt. Bezeichnen J_A und J_B diese beiden Grenzwerte und a deren Differenz, so ist:

$$L_n = \frac{R \cdot T}{n \cdot F} \cdot \frac{(g - \gamma) \cdot a}{100 \cdot t} \cdot \frac{\log g - \log \gamma}{\log \frac{\log 100 - \log J_A}{\log 100 - \log J_B}} \quad . \quad . \quad (10).$$

Da alle Messungen mit einem Meßfehler von 0,2% durchgeführt werden konnten, so ist in allen Fällen der so errechnete Wert noch durch die Zahl 5 zu dividieren. Anstatt $\log g - \log \gamma$ aus den Mengen zu berechnen, kann man an Stelle dieser Differenz auch diejenige der negativen Logarithmen der zugehörigen Konzentrationen setzen. Diese geht ebenfalls aus den Tabellen hervor. Der erste Faktor ist für $T = 273 + 17^0$ und $n = 2$ mit 0,029 anzusetzen.

G. Die angewendeten Verfahren und ihre Ergebnisse.

1. Die Bestimmung mit Ammoniak.

Die Eigenschaft der Cuprisalze, mit überschüssigem Ammoniak tiefblaue Lösungen von Cupriammoniakkomplexen zu bilden, wurde bei der Bestimmung benutzt.

Verfahren. Man füllt steigende Mengen einer wäßrigen Kupfersulfatlösung bekannter Konzentration in 100 *ccm*-Meßkölbchen. Zu jeder Probe fügt man 20 *ccm* konz. Ammoniak hinzu und füllt dann mit destilliertem Wasser auf. Die einzelnen Lösungen werden dann colorimetriert.

Meßergebnisse. In den nachfolgenden Tabellen I und II sind die Ergebnisse für Wärme- und Rotfilter niedergelegt.

Tabelle I.
Wärmefilter.

mg/100 *ccm*	c	p_{Cu}	Abs.	Ex.	f	f — D
125,5	$1972 \cdot 10^{-5}$	1,71	91,8	1,09	$1810 \cdot 10^{-5}$	
100,4	1579 „	1,8	90,6	1,02	1540 „	
75,3	1183 „	1,92	88,0	0,92	1285 „	
62,75	987 „	2,0	85,4	0,85	1170 „	
50,20	789 „	2,11	81,6	0,75	1040 „	
37,65	592 „	2,22	74,8	0,615	980 „	
30,12	473 „	2,32	69,0	0,51	930 „	$-2,2 \cdot 10^{-5}$
25,10	395 „	2,41	62,5	0,425	930 „	— 2,2 „
17,57	275 „	2,56	50,5	0,298	920 „	— 12,2 „
12,55	197 „	2,7	38,7	0,210	939 „	+ 6,8 „
10,04	158 „	2,8	32,1	0,169	934 „	+ 1,8 „
7,53	118 „	2,92	25,1	0,126	938 „	+ 5,8 „
5,02	78 „	3,11	17,5	0,083	939 „	+ 6,8 „
2,51	39,5 „	3,42	9,5	0,043	923 „	— 9,2 „
1,76	27,5 „	3,56	6,2	0,029	937 „	+ 4.8 „
1,004	15,8 „	3,8	4,0	0,018	870 „	
0,502	7,8 „	4,11	3,2	0,015	520 „	
0,126	2,0 „	4,7	1,5	0,006	328 „	

$D = 932{,}2 \cdot 10^{-5}$; $E_N = 0{,}793$; $E_B = 301{,}2$.

Aus den Messungen ergibt sich für das Wärmefilter: $g = 30120$, $\gamma = 1757$; $J_A = 100 - 69 = 31$; $J_B = 100 - 6{,}2 = 93{,}8$; $a = 62{,}8$ und der Bereich des konstanten Faktors = 1,24 p_{Cu}. Der Zeitverbrauch betrug für die Messungen (zweier Standards und einer Probe je) 3 Min., also $t = 9$.

Daraus berechnet sich:

$$A_n = 507{,}55 \text{ und } L_n = 56{,}2.$$

Für das Rotfilter ist: $g = 62750$; $\gamma = 1004$; $J_A = 3{,}8$; $J_B = 94{,}5$; $a = 90{,}7$; $t = 9$ und der Bereich des konstanten Faktors = 1,8. Daraus berechnen sich die Arbeit und die Leistung zu:

$$A_n = 1659{,}1 \text{ und } L_n = 184{,}3.$$

Tabelle II.
Rotfilter.

mg/100 ccm	c	pCu	Abs.	Ex.	f	f — D
125,5	$1972 \cdot 10^{-5}$	1,71	99,6	—	—	—
100,4	1579 „	1,8	99,0	2,0	$789 \cdot 10^{-5}$	—
75,3	1183 „	1,92	97,8	1,65	715 „	—
62,75	987 „	2,0	96,2	1,43	688 „	$+ 7{,}6 \cdot 10^{-5}$
50,2	789 „	2,11	93,0	1,15	682 „	+ 1,6 „
37,65	592 „	2,22	87,4	0,88	678 „	— 2,4 „
30,12	473 „	2,32	80,6	0,70	675 „	— 5,4 „
25,10	395 „	2,41	74,2	0.58	682 „	+ 1,6 „
17,57	275 „	2,56	61,8	0,41	675 „	— 5,4 „
12,55	197 „	2,7	48,4	0,29	683 „	+ 2,6 „
10,04	158 „	2,8	40,6	0,23	682 „	+ 1,6 „
7,53	118 „	2,92	31,8	0,172	686 „	+ 5,6 „
5,02	78 „	3,11	23,0	0,115	678 „	— 2,4 „
2,51	39,5 „	3,42	12,8	0,059	679 „	— 1,4 „
1,757	27,5 „	3,56	9,6	0,041	675 „	— 5,4 „
1,004	15,8 „	3,8	5,5	0,023	682 „	+ 1,6 „
0,502	7,8 „	4,11	4,2	0,017	460 „	
0,126	1,97„	4,7	2,0	0,008	246 „	

$D = 680{,}4 \cdot 10^{-5}$; $E_N = 0{,}793$; $E_B = 62750$.

In diesen Zahlen macht sich gegenüber der Messung mit dem Wärmefilter der weitaus größere Meßbereich trotz des damit größer werdenden Fehlers bemerkbar. In beiden Fällen aber liegt die Grenze der Nachweisbarkeit unterhalb der unteren Grenze des Bestimmungsbereiches, die errechneten Leistungswerte sind also kleiner als die wirklichen, denn nur dann, wenn der untere Grenzwert des Bestimmungsbereiches mit der Nachweisempfindlichkeit zusammenfällt, läßt sich die Leistung voll errechnen.

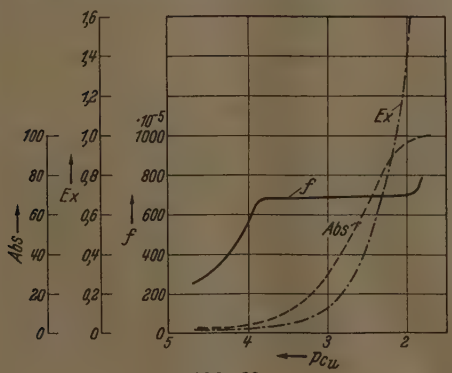


Abb. 39.

Die Abb. 39 zeigt den Verlauf der Werte des Faktors, der Absorption und Extinktion beim Rotfilter. Der Verlauf derselben ist typisch für die Mehrzahl der weiter unten aufgenommenen Werte.

2. Die Bestimmung als Sulfid.

Diese Methode beruht auf der Bildung von braunem kolloidalen Sulfid. Die Kupfermenge darf jedoch nicht mehr als 1,25 *mg*/100 *ccm* betragen, da sonst sofortige Ausflockung eintritt. Die Angabe, daß ein Zusatz von Ammoniumchlorid die Empfindlichkeit steigere, wurde nicht bestätigt.

Verfahren. In 100 *ccm*-Meßkölbchen wurden zu Lösungen mit steigenden Mengen an Kupfer 10 *ccm* des Sulfidreagenses zugesetzt, welches aus gleichen Raumteilen 10%iger Kaliumhydroxydlösung und gesättigter Schwefelwasserstofflösung besteht. Die auf 100 *ccm* aufgefüllten Lösungen wurden colorimetriert. Ein Zusatz von Zucker zur Stabilisierung der Lösungen wurde nicht verwendet. Die Messungen zeigten bei Wiederholung nach 3 Stdn. eine Abnahme der Absorption, welche auf die Bildung größerer Teilchen zurückzuführen ist.

Meßergebnisse: Tabellen III und IV.

Tabelle III.
Wärmefilter.

mg/100 *ccm*	c	pCu	Abs.	Ex.	f	f — D
1,2665	$1990 \cdot 10^{-7}$	3,7	38	0,206	$966 \cdot 10^{-6}$	—
0,6333	990 ,,	4,004	23	0,112	885 ,,	$+ 2 \cdot 10^{-6}$
0,2533	398 ,,	4,4	10,2	0,045	885 ,,	+ 2 ,,
0,1899	299 ,,	4,524	7,4	0,034	880 ,,	— 3 ,,
0,1266	199 ,,	4,7	5,2	0,0225	882 ,,	— 1 ,,
0,0633	99 ,,	5,004	3,2	0,014	707 ,,	
0,0253	39,8 ,,	5,4	2,6	0,011	350 ,,	
0,0190	29,9 ,,	5,524	2,2	0,0105	270 ,,	

$D = 883 \cdot 10^{-6}$; $E_N = 5{,}28$; $E_B = 633{,}3$.

Tabelle IV.
Blaufilter B. G. 5.

mg/100 *ccm*	c	pCu	Abs.	Ex.	f	f — D
1,2665	$1990 \cdot 10^{-7}$	3,7	59,0	0,385	$531 \cdot 10^{-6}$	—
0,6333	990 ,,	4,004	40,8	0,227	430 ,,	$+ 0{,}6 \cdot 10^{-6}$
0,2533	398 ,,	4,4	19,4	0,093	428 ,,	— 1,4 ,,
0,1899	299 ,,	4,524	15,0	0,07	427 ,,	— 2,4 ,,
0,1266	199 ,,	4,7	10,2	0,046	432 ,,	+ 2,6 ,,
0,0633	99 ,,	5,004	5,2	0,023	430 ,,	+ 0,6 ,,
0,0253	39,8 ,,	5,4	3,5	0,014	285 ,,	
0,0190	29,9 ,,	5,524	2,2	0,011	280 ,,	

$D = 429{,}4 \cdot 10^{-6}$; $E_N = 5{,}28$; $E_B = 633{,}3$.

Arbeit und Leistung errechnen sich für das Wärmefilter aus: $g = 633{,}3$; $\gamma = 126{,}6$; $J_A = 77$; $J_B = 94{,}8$; $a = 17{,}8$; $t = 9$ und dem Bereich des konstanten Faktors = 0,696 zu:

$$A_n = 2{,}65 \text{ und } L_n = 0{,}3.$$

Für das Blaufilter errechnen sich beide aus: $g = 6{,}33{,}3$; $\gamma = 63{,}3$; $J_A = 59{,}2$; $J_B = 94{,}8$; $a = 35{,}6$; $t = 9$ und dem Bereich des konstanten Faktors = 1 zu:

$$A_n = 5{,}93 \text{ und } L_n = 0{,}66.$$

Auch hier macht sich die Verwendung des geeigneteren Blaufilters in der Leistung bemerkbar. Da die Absorptionswerte nach 3 Stdn. kleiner werden, so ist auch die Leistung kleiner, abgesehen von dem nunmehr wesentlich größer werdenden t-Wert. Eine Berechnung derselben ist sinnlos.

Wiederum erreicht in beiden Fällen der untere Grenzwert der Bestimmungsempfindlichkeit nicht die Empfindlichkeit des Nachweises, so daß auch hier wieder die errechneten Werte zu niedrig sind. Gegenüber dem Ammoniakverfahren macht sich die größere Eignung dieses Verfahrens zum Nachweis durch die höhere Nachweisempfindlichkeit und zur Bestimmung kleinerer Mengen durch den niedrigen Wert der Bestimmungsempfindlichkeit bemerkbar. Die Leistung selbst ist jedoch sehr gering.

3. Die Bestimmung mit Benzidin.

Ammoniakalische Kupferlösungen geben nach Zusatz von Natriumsalicylat mit essigsaurer Benzidinlösung und Kaliumcyanid eine himbeerrote Färbung, die zur schnellen und bequemen Kupferbestimmung geeignet ist. Die Färbung tritt sofort nach Zugabe von Kaliumcyanid ein und ist sehr empfindlich. Sie zeigt schnelle zeitliche Veränderungen, so daß ein sehr rasches Arbeiten erforderlich ist.

Verfahren. In 100 *ccm*-Meßkölbchen gibt man die Lösungen mit steigenden Kupfergehalten, 10 *ccm* 3%ige Natriumsalicylatlösung, 10 *ccm* 25%iges Ammoniak, 2 *ccm* einer Lösung von 0,1 *g* farblosem Benzidin in 100 *ccm* 20%iger Essigsäure und füllt mit destilliertem Wasser auf 98 *ccm* auf. Dann gibt man 2 *ccm* 0,75%ige Kaliumcyanidlösung zu, schüttelt kurz um und colorimetriert sofort. Da sich der Zeiger des Galvanometers am Meßinstrument sofort richtig einstellt, läßt es sich bei einiger Übung so einrichten, daß die Zeit zwischen der Kaliumcyanidzugabe und der Ablesung des Extinktionswertes nur wenige Sekunden beträgt.

Meßergebnisse: Tabellen V und VI (S. 394).

Für das Wärmefilter errechnen sich Arbeit und Leistung aus: $g = 2533$, $\gamma = 126{,}65$; $J_A = 7{,}4$; $J_B = 87{,}2$; $a = 79{,}8$; $t = 9$ und dem Bereich des konstanten Faktors = 1,3 zu:

$$A_n = 56{,}59 \text{ und } L_n = 6{,}3$$

und für das Grünfilter V. G. 9 aus: $g = 1899{,}7$; $\gamma = 63{,}3$; $J_A = 8{,}2$; $J_B = 92{,}0$; $a = 83{,}8$; $t = 9$ und dem Bereich des konstanten Faktors = 1,48 zu:

$$A_n = 45{,}45 \text{ und } L_n = 5{,}0.$$

Tabelle V.
Wärmefilter.

mg/100 *ccm*	c	pCu	Abs.	Ex.	f	f — D
12,665	$1999 \cdot 10^{-6}$	2,7	98	1,75	$1135 \cdot 10^{-6}$	—
6,3325	990 ,,	3,004	95,8	1,38	712 ,,	
2,533	398 ,,	3,4	92,6	1,15	346 ,,	$+ 7{,}4 \cdot 10^{-6}$
1,8997	299 ,,	3,524	87,0	0,885	338 ,,	— 0,6 ,,
1,2665	199 ,,	3,7	74,2	0,59	338 ,,	— 0,6 ,,
0,63325	99 ,,	4,004	48,6	0,29	342 ,,	+ 3,4 ,,
0,2533	39,8 ,,	4,4	24,2	0,12	332 ,,	— 6,6 ,,
0,18997	29,9 ,,	4,524	18,6	0,089	336 ,,	— 2,6 ,,
0,12665	19,9 ,,	4,7	12,8	0,059	338 ,,	— 0,6 ,,
0,0633	9,9 ,,	5,004	7,8	0,034	291 ,,	
0,02533	3,98,,	5,4	4,0	0,018	221 ,,	

$D = 338{,}6 \cdot 10^{-6}$; $E_N = 3{,}95$; $E_B = 2533$.

Tabelle VI.
Grünfilter V. G. 9.

mg/100 *ccm*	c	pCu	Abs.	Ex.	f	f — D
12,665	$1990 \cdot 10^{-6}$	2,7	98,2	1,8	$1105 \cdot 10^{-6}$	
6,3325	990 ,,	3,004	97,2	1,6	618 ,,	
2,533	398 ,,	3,4	93,8	1,2	332 ,,	
1,8997	299 ,,	3,524	91,8	1,1	270 ,,	$- 0{,}7 \cdot 10^{-6}$
1,2665	199 ,,	3,7	81,8	0,74	269 ,,	— 1,7 ,,
0,63325	99 ,,	4,004	57,2	0,37	267 ,,	— 3,7 ,,
0,2533	39,8 ,,	4,4	28,4	0,145	274 ,,	+ 3,3 ,,
0,18997	29,9 ,,	4,524	22,2	0,110	272 ,,	+ 1,3 ,,
0,12665	19,9 ,,	4,7	15,8	0,074	269 ,,	— 1,7 ,,
0,0633	9,9 ,,	5,004	8,0	0,036	274 ,,	+ 3,3 ,,
0,02533	3,98,,	5,4	3,2	0,014	282 ,,	

$D = 270{,}7 \cdot 10^{-6}$; $E_N = 3{,}95$; $E_B = 1899{,}7$.

Beim Benzidinverfahren ist wiederum die Nachweisempfindlichkeit größer als bei den beiden vorhergehenden, während die Bestimmungsempfindlichkeit größer ist als beim Sulfid, jedoch kleiner als beim Ammoniakverfahren. Es kommt dies auch in den Leistungswerten zum Ausdruck, wenn diese auch noch nicht ihren wahren Wert erreichen.

4. Die Bestimmung mit Kaliumhexacyanoferrat II.

Der Gehalt einer Kupferlösung kann auch aus der Intensität der rötlich braunen Farbe bestimmt werden, die bei der Reaktion mit Kaliumhexacyanoferrat II gebildet wird. Die Stabilität des Faktors $1/\alpha \cdot s$ kann durch Zugabe von Ammoniumchlorid gesteigert werden, was der Versuch durch Zusatz von 1 *g* NH_4Cl auf 100 *ccm* Lösung bestätigte.

Verfahren. Zu den Kupferlösungen wurden jeweils 0,3 *ccm* einer 1%igen Lösung von Kaliumhexacyanoferrat II zugegeben, dann wurde mit destilliertem Wasser auf 100 *ccm* aufgefüllt und gemischt. Ein Zusatz von hochgereinigter Gelatine mußte unterbleiben. Bei Kupfergehalten über 1,9 *mg*/100 *ccm* erfolgte sofortige Ausflockung.

Meßergebnisse: Tabellen VII und VIII.

Tabelle VII.

Wärmefilter und Zusatz von Ammoniumchlorid.

mg/100 *ccm*	c	pCu	Abs.	Ex.	f	f — D
1,8997	$299 \cdot 10^{-6}$	3,524	25,0	0,124	$2410 \cdot 10^{-6}$	
1,2665	199 „	3,7	25,0	0,124	1597 „	
0,63325	99 „	4,004	24,8	0,123	807 „	$+ 3{,}3 \cdot 10^{-6}$
0,5066	79,5 „	4,1	20,4	0,099	803 „	— 0,7 „
0,2533	39,8 „	4,4	10,8	0,049	800 „	— 3,7 „
0,18997	29,9 „	4,524	8,2	0,0375	807 „	+ 3,3 „
0,12665	19,9 „	4,7	5,8	0,0248	805 „	+ 1,3 „
0,0633	9,9 „	5,004	3,0	0,0125	800 „	— 3,7 „
0,02533	3,98„	5,4	2,2	0,01	398 „	

$D = 803{,}7 \cdot 10^{-6}$; $E_N = 3{,}95$; $E_B = 633{,}25$.

Tabelle VIII.

Blaufilter B. G. 5, mit Ammoniumchlorid.

mg/100 *ccm*	c	pCu	Abs.	Ex.	f	f — D
1,8997	$299 \cdot 10^{-6}$	3,524	40,0	0,221	$1353 \cdot 10^{-6}$	+ —
1,2665	199 „	3,7	40,0	0,221	900 „	+ —
0,63325	99 „	4,004	40,0	0,221	448 „	$+ 0{,}7 \cdot 10^{-6}$
0,5066	79,5 „	4,1	33,8	0,179	445 „	— 2,3 „
0,2533	39,8 „	4,4	18,6	0,09	443 „	— 4,3 „
0,18997	29,9 „	4,524	14,0	0,0665	451 „	+ 3,7 „
0,12665	19,9 „	4,7	10,0	0,0443	449 „	+ 1,7 „
0,0633	9,9 „	5,004	5,0	0,022	448 „	+ 0,7 „
0,02533	3,98„	5,4	3,8	0,016	250 „	

$D = 447{,}3 \cdot 10^{-6}$; $E_N = 3{,}95$; $E_B = 633{,}25$.

Arbeit und Leistung für das Verfahren mit dem Wärmefilter errechnen sich aus: g = 633,25; γ = 63,3; J_A = 75,2; J_B = 97,0; a = 21,8; t = 9 und dem Bereich des konstanten Faktors = 1,0 zu:

$$A_n = 3{,}99 \text{ und } L_n = 0{,}3$$

und für das Blaufilter aus: g = 633,25; γ = 63,3; J_A = 60,0; J_B = 95,0; a = 35,0; t = 9 und dem Faktorbereich = 1,0 zu:

$$A_n = 5{,}80 \text{ und } L_n = 0{,}64.$$

5. Die Bestimmung mit Dithizon.

Nach Hellmut Fischer gibt Kupfer mit Dithizon in saurer und alkalischer Lösung Dithizonate, die sich für die colorimetrische Bestimmung bestens eignen. Nach Hellmut Fischer und Grete Leopoldi[1]) gibt die in saurer Lösung gebildete Ketoverbindung, die sich in Tetrachlorkohlenstoff mit violetter Farbe löst, die geeignetste Form.

Verfahren. Die Lösungen mit bekanntem Kupfergehalt wurden mit (über Löschkalk) doppelt destilliertem Wasser auf 10 *ccm* verdünnt, diese im Schütteltrichter anteilweise mit grüner Dithizonlösung in Tetrachlorkohlenstoff (doppelt destilliert), und zwar 5 *mg* Dithizon auf 100 *ccm* Tetrachlorkohlenstoff, versetzt und etwa 3 Min. kräftig geschüttelt, bis eine Mischfarbe entstand. Dann wurde mit Ammoniaklösung (1 *ccm* konz. Ammoniak in 200 *ccm* Wasser) etwa 1½ Min. geschüttelt, die so erhaltene Lösung mit Tetrachlorkohlenstoff auf 100 *ccm* gebracht und colorimetriert.

Ergebnisse. Die Ergebnisse sind in Tabelle IX für Wärmefilter und in Tabelle X, S. 397 für Hellblaufilter B. G. 7 untergebracht.

Tabelle IX.
Wärmefilter.

mg/100 *ccm*	c	pCu	Abs.	Ex.	f	tg(f) — tg(D)
0,12665	$1990 \cdot 10^{-8}$	4,7	96,4	1,457	$1352 \cdot 10^{-8}$	+ 0,01000
0,063325	990 ,,	5,004	88,4	0,94	1058 ,,	+ 0,00035
0,02533	398 ,,	5,4	61,6	0,42	952 ,,	+ 0,00334
0,18997	299 ,,	5,524	54,2	0,34	886 ,,	+ 0,00486
0,01266	199 ,,	5,7	44,4	0,255	785 ,,	+ 0,00477
0,00633	99 ,,	6,004	31,8	0,162	614 ,,	— 0,00030
0,00253	39,8 ,,	6,4	20,8	0,101	393 ,,	+ 0,00620
0,00127	19,9 ,,	6,7	17,0	0,081	246 ,,	+ 0,05620
0,00063	9,9 ,,	7,004	13,0	0,06	165 ,,	+ 1,48334
0,00025	3,98,,	7,4	11,0	0,05	79,6 ,,	
ohne Kupferzusatz			11,0	0,05		

[1]) Wissensch. Veröffentl. aus d. Siemens-Konzern **12**, 44 (1933); Angew. Chem. **47**, 90 (1934); vgl. diese Ztschrft. **96**, 128 (1934); **100**, 129 (1935).

Tabelle X.
Hellblaufilter B. G. 7.

mg/100 *ccm*	c	p_{Cu}	Abs.	Ex.	f	tg(f) — tg(D)
0,12665	$1990 \cdot 10^{-8}$	4,7	99,8	—	—	—
0,06333	990 ,,	5,004	95,4	1,32	$742 \cdot 10^{-8}$	+ 0,00190
0,02533	398 ,,	5,4	78,4	0,66	602 ,,	+ 0,00347
0,01900	299 ,,	5,524	70,4	0,53	565 ,,	+ 0,01043
0,01265	199 ,,	5,7	60,4	0,402	495 ,,	+ 0,00238
0,00633	99 ,,	6,004	44,8	0,256	387 ,,	— 0,00112
0,00253	39,8 ,,	6,4	30,2	0,155	259 ,,	+ 0,03524
0,00127	19,9 ,,	6,7	25,0	0,125	159 ,,	+ 0,09024
0,00063	9,9 ,,	7,004	22,5	0,11	89,5 ,,	+ 1,08524
0,00025	3,98,,	7,4	14,0	0,065	61,2 ,,	
ohne Kupferzusatz			14,0	0,065		

Da bei diesen Messungen noch sehr geringe Konzentrationen erreicht werden können, wurde eine Blindprobe durchgeführt, welche noch gut meßbare Absorptions- und Extinktionswerte ergab. Hier handelt es sich offenbar um Verunreinigungen der Reagenzien. Ferner ist hier bemerkenswert, daß kein konstanter, wohl aber ein stetig veränderlicher Faktor (f) erhalten wird. Durch graphische Aufzeichnung erhält man eine Punktreihe, welche man ebenso in einer Geraden zusammenfassen kann wie auch die Werte bei Faktorkonstanz. Es bildet dann diese Gerade (siehe die Abb. 40) einen Winkel mit der Abscissenachse (Konzentrationswerte), und man kann die Abweichungen der einzelnen Winkel notieren. Sie finden sich in den obigen Tabellen unter der Rubrik: tg(f) — tg(D), in welchem Ausdruck D den Winkel der zusammenfassenden Geraden bedeutet. Auch hier sind die Abweichungen sehr gering. tg(D) = 1,11666 für die Werte der Tabelle IX und 0,70476 für die der Tabelle X.

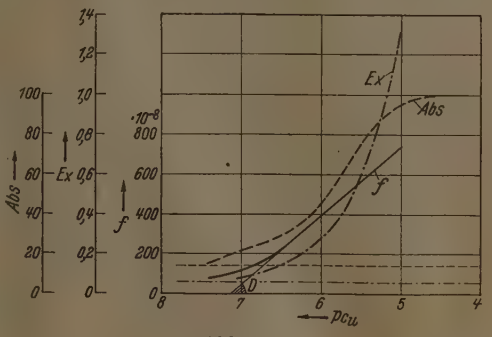


Abb. 40.

Die Nachweisempfindlichkeit liegt in beiden Fällen zwischen 0,2 und 0,6 γ/100 *ccm*. Bei 0,3 γ beträgt sie 333,3. Die Bestimmungsempfindlichkeit beträgt im ersten Falle 126,65 γ und im zweiten nur 63,3 γ, ist also sehr klein.

Zur Berechnung der Zeitdauer ist zu berücksichtigen, daß man die Probe ebenso wie die Standards mehrere Minuten schütteln muß. Das verlängert die Dauer einer Bestimmung auf 6 Min. Für die Festlegung der Bezugsgeraden bzw. zu ihrer Winkelbestimmung wird man mit den Werten zweier Standards auskommen.

Im übrigen errechnen sich Arbeit und Leistung für das Wärmefilter aus: $g = 126{,}65$; $\gamma = 1{,}27$; $J_A = 3{,}6$; $J_B = 83{,}0$; $a = 79{,}4$; $t = 18$ und der Bereich der Geradlinigkeit des Faktors = 2,0 zu:

$$A_n = \sim 4{,}61 \text{ und } L_n = \sim 0{,}26$$

und für das Hellblaufilter aus: $g = 63{,}3$; $\gamma = 1{,}266$; $J_A = 4{,}6$; $J_B = 75{,}0$; $a = 70{,}4$; $t = 18$ und dem Bereich der Geradlinigkeit der Faktorgeraden = 1,696 zu:

$$A_n = \sim 2{,}09 \text{ und } L_n = \sim 0{,}12.$$

Auch diese Werte sind zu klein, da die Nachweisempfindlichkeit nicht mit der unteren Grenze des Bestimmungsbereiches zusammenfällt.

6. Die Bestimmung mit Salicylsäure.

Cupri-Ionen geben mit Salicylsäure eine rote Färbung, die nach F. Schott[1]) zur quantitativen Kupferbestimmung herangezogen werden kann.

Verfahren. Man füllt steigende Mengen einer wäßrigen Kupfersulfatlösung (Standardlösungen) in kleine Erlenmeyerkolben, dann gibt man in jeden 5 Tropfen einer 2%igen Kaliumnitritlösung, 5 Tropfen einer 10%igen Essigsäure und 3 *ccm* einer 0,5%igen Lösung von Salicylsäure in 10%igem Alkohol. Man erhitzt ¾ Stdn. lang im Wasserbad zum Sieden, kühlt ab und colorimetriert. Die Farbe verblaßt allmählich.

Ergebnisse. Die Tabellen XI und XII enthalten die Meßergebnisse für das Wärme- und das Hellblaufilter B. G. 7.

Tabelle XI.
Wärmefilter.

mg/100 *ccm*	c	p_{Cu}	Abs.	Ex.	f	f — D
25,33	$3980 \cdot 10^{-6}$	2,4	67,2	0,48	$8290 \cdot 10^{-6}$	
12,665	1990 „	2,7	65,2	0,46	4325 „	
6,333	990 „	3,004	64,5	0,45	2200 „	
2,533	398 „	3,4	62,0	0,42	950 „	
1,267	199 „	3,7	60,6	0,405	490 „	
0,633	99 „	4,004	59,2	0,390	250 „	
0,2533	39,8 „	4,4	39,8	0,22	180 „	$+ 0{,}5 \cdot 10^{-6}$
0,1267	19,9 „	4,7	22,0	0,107	185 „	+ 5,5 „
0,0633	9,9 „	5,004	12,0	0,055	178 „	— 1,5 „
0,0253	3,98„	5,4	5,5	0,023	175 „	— 4,5 „

[1]) Ztschrft. f. Unters. d. Nahrungs- u. Genußm. 22, 727 (1911).

mg/100 ccm	c	pCu	Abs.	Ex.	f	f — D
0,0127	$1{,}99 \cdot 10^{-6}$	5,7	4,9	0,021	$95 \cdot 10^{-6}$	
0,0063	0,99 ,,	6,004	4,0	0,018	55 ,,	
0,00253	0,398 ,,	6,4	3,2	0,015	26,5 ,,	

$D = 179{,}5 \cdot 10^{-6}$; $E_B = 39{,}5$; $E_N = 253{,}3$.

Arbeit und Leistung errechnen sich aus: $g = 253{,}3$; $\gamma = 25{,}3$; $J_A = 60{,}2$; $J_B = 94{,}5$; $a = 34{,}3$; $t = 3 \cdot 3 + 48$ Min. = 57 Min. und dem Bereich des konstanten Faktors = 1,0 zu:

$A_n = 2{,}38$ und $L_n = 0{,}04$.

Tabelle XII.

Hellblaufilter.

mg/100 ccm	c	pCu	Abs.	Ex.	f	f — D
25,33	$3980 \cdot 10^{-6}$	2,4	88,0	0,92	$4325 \cdot 10^{-6}$	
12,665	1990 ,,	2,7	85,2	0,84	2370 ,,	
6,333	990 ,,	3,004	84,0	0,795	1245 ,,	
2,533	398 ,,	3,4	81,3	0,735	540 ,,	
1,267	199 ,,	3,7	80,8	0,72	271 ,,	
0,633	99 ,,	4,004	73,2	0,66	150 ,,	$+ 3{,}6 \cdot 10^{-6}$
0,253	39,8 ,,	4,4	46,2	0,27	147 ,,	+ 0,6 ,,
0,127	19,9 ,,	4,7	27,1	0,137	145 ,,	— 1,4 ,,
0,063	9,9 ,,	5,004	14,0	0,067	148 ,,	+ 1,6 ,,
0,0253	3,98,,	5,4	6,4	0,028	142 ,,	— 4,4 ,,
0,0127	1,99,,	5,7	5,8	0,025	79,5 ,,	
0,006	0,99,,	6,004	5,2	0,023	43 ,,	
0,0025	0,398,,	6,4	4,8	0,021	19 ,,	

$D = 146{,}4 \cdot 10^{-6}$; $E_N = 39{,}5$; $E_B = 633{,}3$.

Arbeit und Leistung errechnen sich aus: $g = 633{,}25$; $\gamma = 25{,}33$; $J_A = 26{,}8$; $J_B = 93{,}6$; $a = 66{,}8$ und $t = 57$ und dem Bereich des konstanten Faktors = 1,396:

$A_n = 12{,}67$ und $L_n = 0{,}22$.

In beiden Fällen wird der maximale Wert von Arbeit und Leistung nicht ermittelt.

7. Die Bestimmung mit Kaliumjodid.

Die bekannte Jod-Ionen-Reaktion des Kupfers wurde in folgender Weise angewendet.

Reagenzien. Aus reinen Kaliumjodidkrystallen stellt man eine Vorratslösung her von 4,5 *g* in 30 *ccm* Wasser. Sie wird im Dunkeln auf-

bewahrt. Man rührt 0,5 *g* lösliche Stärke mit 50 *ccm* kaltem destillierten Wasser zu einem dünnen Brei an, versetzt während des Rührens mit 100 *ccm* kochendem Wasser, erhitzt zum Sieden, kocht genau 1 Min. und verdünnt auf 250 *ccm*. Diese Lösung enthält 2 *mg* Stärke je Kubikzentimeter. Sie soll neutral sein und 1 Stde. vor Gebrauch hergestellt werden.

Verfahren. Wegen der Kostspieligkeit des Reagenses wurden Mikroküvetten des Langeschen Colorimeters verwendet. Die Kupferlösung wird in die 10 *ccm*-Küvette gebracht und mit Wasser auf 8 *ccm* verdünnt; eine Mischung von 1 *ccm* der Kaliumjodidlösung und 1 *ccm* der Stärkelösung wird zu den 8 *ccm* gegeben. Man achte darauf, daß die Küvetten stets gut gefüllt sind, damit nicht an der Flüssigkeitsoberfläche störende Reflexe auftreten.

Ergebnisse. Die Ergebnisse sind in Tabelle XIII aufgeführt. Diese enthält die Werte nach 3 Min.; nach einigen Stunden findet eine geringe Vergrößerung des Absorptionsbereiches statt, die aber ohne Einfluß auf die Arbeit ist. Eine restliche Absorption von 4%, die nach einigen Stunden auf 9% ansteigt, ist wahrscheinlich auf einen Jodatgehalt des Reagenses zurückzuführen.

Tabelle XIII.
Wärmefilter.

mg/100 *ccm*	c	pCu	Abs.	Ex.	f	f — D
2,533	$3980 \cdot 10^{-7}$	3,4	97,0	1,50	$2650 \cdot 10^{-7}$	
1,267	1990 „	3,7	95,0	1,3	1530 „	
0,253	398 „	4,4	65,0	0,42	950 „	
0,127	199 „	4,7	38,0	0,21	950 „	± 0
0,025	39,8 „	5,4	9,5	0,042	950 „	
0,0127	19,9 „	5,7	6,0	0,026	765 „	
0,0025	3,98„	6,4	4,0	0,018	220 „	
ohne Kupferzusatz			4,0	0,018		

$D = 950 \cdot 10^{-7}$; $E_N = \sim 40{,}0$; $E_B = \sim 253$.

Arbeit und Leistung errechnen sich aus: $g = 253$; $\gamma = 25{,}3$; $J_A = 35{,}0$; $J_B = 90{,}5$; $a = 55{,}5$; $t = 9$ und dem Bereich des konstanten Faktors = 1,0 zu:

$$A_n = \sim 3{,}59 \text{ und } L_n = \sim 0{,}4.$$

8. Die Bestimmung mit Natriumdiäthyldithiocarbamat.

Nach Th. Callan und J. A. Russell Henderson[1]) gibt das Natriumdiäthyldithiocarbamat $[(C_2H_5)_2NCSSNa]$ in 0,1%iger Lösung mit minimalen Kupfermengen eine braune Färbung, die zur colorimetrischen Bestimmung sehr gut zu verwenden ist.

[1]) Analyst 54, 650 (1929); vgl. diese Ztschrft. 81, 138 (1930).

Verfahren. Die kupferhaltigen Lösungen wurden in 100 *ccm* fassende Meßkölbchen gebracht, mit destilliertem Wasser auf 85 *ccm* aufgefüllt, mit 1 *ccm* konz. Ammoniak alkalisch gemacht, mit 10 *ccm* einer 0,1%igen wäßrigen Lösung des Reagenses versetzt und mit Wasser auf 100 *ccm* verdünnt. Die erhaltenen kolloiden Lösungen wurden colorimetriert. Bei einem p_{Cu}-Wert kleiner als 3,7 (1,2665 *mg*/100 *ccm*) tritt sofortige Ausflockung ein. Die Reagenslösung bleibt mehrere Wochen unverändert.

Ergebnisse. Tabelle XIV gibt die Meßwerte mit dem Wärmefilter, Tabelle XV die mit dem Hellblaufilter.

Tabelle XIV.
Wärmefilter.

mg/100 *ccm*	c	p_{Cu}	Abs.	Ex.	f	f — D
1,2665	$1990 \cdot 10^{-7}$	3,7	96,0	1,4	$1422 \cdot 10^{-7}$	$-1,0 \cdot 10^{-7}$
0,6333	990 „	4,004	80,0	0,70	1418 „	— 5,0 „
0,2533	398 „	4,4	46,2	0,28	1421 „	— 2,0 „
0,18997	299 „	4,524	38,5	0,21	1425 „	+ 2,0 „
0,12665	199 „	4,7	27,0	0,139	1430 „	+ 7,0 „
0,06333	99 „	5,004	14,8	0,069	1430 „	+ 7,0 „
0,02533	39,8 „	5,4	6,6	0,028	1421 „	— 2,0 „
0,019	29,9 „	5,524	5,0	0,021	1422 „	— 1,0 „
0,01267	19,9 „	5,7	3,1	0,014	1423 „	± 0 „
0,00633	9,9 „	6,004	1,3	0,007	1418 „	— 5,0 „

$D = 1423 \cdot 10^{-7}$; $E_N = 15,8$; $E_B = 1266,5$.

Tabelle XV.
Hellblaufilter B. G. 7.

mg/100 *ccm*	c	p_{Cu}	Abs.	Ex.	f	f — D
1,2665	$1990 \cdot 10^{-7}$	3,7	98,2	1,75	$1137 \cdot 10^{-7}$	
0,6333	990 „	4,004	91,8	1,085	912,4 „	$+ 4,2 \cdot 10^{-7}$
0,2533	398 „	4,4	64,0	0,44	904,5 „	— 3,7 „
0,190	299 „	4,524	54,0	0,33	895,2 „	— 13,0 „
0,1267	199 „	4,7	39,2	0,22	908,6 „	+ 0,4 „
0,0633	99 „	5,004	22,5	0,108	916,6 „	+ 8,4 „
0,0253	39,8 „	5,4	9,7	0,043	925,5 „	+ 17,3 „
0,01900	29,9 „	5,524	7,4	0,033	906,1 „	— 2,1 „
0,01267	19,9 „	5,7	5,2	0,022	904,5 „	— 3,7 „
0,00633	9,9 „	6,004	2,5	0,011	900,0 „	— 8,2 „

$D = 908,2 \cdot 10^{-7}$; $E_N = 15,8$; $E_B = 633,25$.

Für das Wärmefilter ergeben sich Arbeit und Leistung aus: $g = 1266{,}5$; $\gamma = 6{,}33$; $J_A = 4{,}0$; $J_B = 98{,}7$; $a = 94{,}7$; $t = 9$ und dem Bereich des konstanten Faktors von 2,304 zu:

$$A_n = 33{,}35 \text{ und } L_n = 3{,}7$$

und für das Hellblaufilter aus: $g = 633{,}25$; $\gamma = 6{,}33$; $J_A = 9{,}0$; $J_B = 97{,}5$; $a = 88{,}5$; $t = 9$ und dem Bereich des konstanten Faktors = 2,0 zu:

$$A_n = 16{,}28 \text{ und } L_n = 1{,}8.$$

Hier fällt nun zum ersten Male in dieser Beispielsreihe der untere Grenzwert der Bestimmungsempfindlichkeit mit demjenigen der Nachweisempfindlichkeit zusammen, es gilt das Beer-Lambertsche Gesetz bis zum Minimum der mit Hilfe des Reagenses und der verwendeten Apparatur erfaßbaren Kupfermenge, und zwar sowohl für das Wärmefilter als auch für das Hellblaufilter, der Faktor ist mit nur geringen Schwankungen konstant im ganzen Bereich von der Bestimmungs- bis zur Nachweisempfindlichkeit. Hier erreicht sowohl die nutzbare Arbeit als auch die Leistung ihren vollen Wert (siehe auch die Abb. 41).

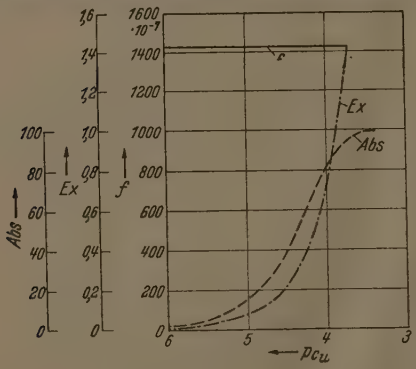


Abb. 41.

H. Die Diskussion der Ergebnisse.

Die Tabelle XVI (S. 403) gibt eine Zusammenstellung der Ergebnisse, die zur Bewertung der Verfahren wichtig sind.

Der Vergleich der Zahlenwerte der 2. Spalte, E_N, zeigt die hohe Nachweisempfindlichkeit des Dithizonverfahrens, die kleinere des Jodid- und des Salicylsäureverfahrens und als kleinste die des Ammoniakverfahrens. Die 3. Spalte mit den E_B-Werten lehrt die hohe Bestimmungsempfindlichkeit des Ammoniaks, das mit 62,57 *mg* bereits an das Erfassungsvermögen der Makroverfahren heranreicht. Demgegenüber ist dasjenige des Dithizons das kleinste und charakterisiert dieses Reagens als ein ausgesprochen mikrochemisches. Zwischen beiden sind die übrigen Verfahren ihren E_B-Werten entsprechend einzustufen. Beide Reihen zusammen geben also Aufschluß über den Anwendungsbereich des Verfahrens. Über seine Größe orientiert in der 6. Spalte die Differenz der negativen Logarithmen der Konzentrationen. Sie ist beim Dithizon- und Carbamatverfahren am größten.

Tabelle XVI.

Verfahren und Filter	E_N	E_B	A_n	L_n	$\log g/\gamma$	a
Ammoniak						
Wärmefilter .	0,793	30120	507,55	56,2	1,24	62,8
Rotfilter . .	0,793	62750	1659,1	184,3	1,8	90,7
Sulfid						
Wärmefilter .	5,28	633,3	2,65	0,3	0,696	17,8
Blaufilter . .	5,28	633,3	5,93	0,66	1,00	35,6
Benzidin						
Wärmefilter .	3,95	2533	56,59	6,3	1,3	79,8
Grünfilter . .	3,95	1899,7	45,45	5,0	1,48	83,8
Ferrat II						
Wärmefilter .	3,95	633,3	3,99	0,3	1,0	21,8
Blaufilter . .	3,95	633,3	5,80	0,64	1,0	35,0
Dithizon						
Wärmefilter .	~333,3	~126,65	~4,61	~0,26	2,0	79,4
Hellblaufilter	~333,3	~ 63,3	~2,09	~0,12	1,696	70,4
Salicylsäure						
Wärmefilter .	39,5	253,3	2,38	0,04	1,0	34,3
Hellblaufilter	39,5	633,3	12,67	0,22	1,396	66,8
Jodid						
Wärmefilter .	~40,0	~253,0	~3,59	~0,4	1,0	55,5
Carbamat						
Wärmefilter .	15,8	1266,5	33,35	3,7	2,304	94,7
Hellblaufilter	15,8	633,3	16,28	1,8	2,0	88,5

Die analytisch nutzbare Arbeit und Leistung der Verfahren folgt in den A_n- und L_n-Werten der 4. und 5. Spalte. Den größten Wert zeigt das Ammoniakverfahren mit Rotfilter, es folgen das Wärmefilter desselben Verfahrens, das Benzidin-, das Carbamat- und das Salicylsäureverfahren mit Hellblaufilter. Die nutzbare Arbeit der übrigen ist geringer. Da die Berechnungsformel (10), S. 389, auch die Höchstwerte des Erfassungsvermögens enthält, sind diese Zahlen relativ anzusehen, d. h. in bezug auf gleiche E_B-Werte. So gesehen erweisen sich das Sulfid- und das Ferrat-Verfahren als nahezu gleichwertig, während ihnen das Salicylsäure- und das Carbamatverfahren mit Hellblaufilter überlegen sind. Bei den beiden letzteren ist der Erfassungsbereich, $\log g/\gamma$, der größere, der chemische Vorgang läßt sich in niedrige Konzentrationsbereiche verfolgen, die Verfahren sind im üblichen Sprachgebrauch als die „genaueren" anzusehen.

Es gilt das auch für den praktischen Fall, daß nicht gerade der Höchstwert der Erfassung zur Bestimmung vorliegt, daß es sich also nicht um

die Bewertung des Verfahrens als solches handelt. Es kommt beim Vergleich zweier Verfahren miteinander oder bei der Verwendung verschiedenfarbiger Filter bei ein und demselben Verfahren nur darauf an, daß gleiche Mengen zur Bestimmung angewendet werden, daß man also den Vergleich mit Lösungen gleicher Konzentration vornimmt.

Handelt es sich um Serienbestimmungen, so wird man L_n zu berücksichtigen haben und auch hier wieder Relativwerte herausgreifen. Hier zeigen sich in dem Beispiel das Sulfid- und das Ferratverfahren dem Salicylatverfahren gegenüber überlegen; das vorteilhafteste ist jedoch das Carbamatverfahren mit Hellblaufilter.

Bei der Berechnung der A_n- und L_n-Werte nach der obigen Formel zeigt sich nun, daß der dritte und langwierig zu berechnende Faktor der Formel (10), S. 389, nur um kleine Beträge um den Wert 1 schwankt. Eine Ausnahme macht da nur das Dithizonverfahren, bei dem dieser Faktor den Wert 1,5 hat. Will man also zu einer schnellen aber überschläglichen Bewertung kommen, so genügt die Berechnung des zweiten Faktors allein vollkommen, da ja auch der erste eine konstante Größe bildet, falls man nicht bei großen Temperaturunterschieden vergleichen muß. Man gewinnt also schon aus der Größe von $(g-\gamma)$ a einen genügenden Überblick, d. h. also aus der erfaßten Menge und dem Absorptionsbereich (7. Rubrik). Das Produkt beider ist um so größer, je kleiner für eine bestimmte Menge (konstanter Wert für g) der γ-Betrag ist, d. h. je weiter herab, schließlich bis zum Wert der Nachweisempfindlichkeit, das Beer-Lambertsche Gesetz gilt (Carbamatverfahren). Je kleiner γ ist, um so größer wird aber auch der Absorptionsbereich a. Je kleiner also der Konzentrations- oder Absorptionsbereich ist, in welchem dieses Gesetz nicht gilt, um so größer ist der Arbeitswert, um so „genauer" das Verfahren. In diesem Sinne ist das Carbamatverfahren als das genaueste anzusprechen. Alle anderen Verfahren erreichen dessen Höchstwert nicht.

Es möge aber auch das Nichterreichte erwähnt werden. Sieht man davon ab, daß die Ursachen der Färbungen auch ohne Kupfergehalt beim Jodid- und Dithizonverfahren und ferner die des stetig sinkenden Faktors ebenfalls bei diesem nicht erkannt werden konnten, so ist doch festzustellen, daß unter den bearbeiteten Verfahren sich keines findet, welches große Nachweis- und Bestimmungsempfindlichkeit mit großen Leistungswerten verbindet. Es ist ein jedes in seinem Bereich gerecht. Ferner muß darauf verwiesen werden, daß die angeführten Zahlen keine streng reproduzierbaren sind, daß es also jedem anderen Analytiker überlassen werden muß, sie mit seinem Gerät nachzuprüfen. In diesem Sinne wäre es weiterhin von Interesse, auch andere Verfahren zu prüfen, die ganze Untersuchung auch auf andere Metalle und Metalloide zu übertragen und schließlich den Einfluß anderer Metalle und Metalloide zu studieren, um zu zahlenmäßigen Ausdrücken über die Spezifität der Verfahren zu gelangen.

Zusammenfassung.

Es wird gezeigt, daß die an anderer Stelle entwickelten Begriffe der analytisch nutzbaren Arbeit und Leistung sich auch auf colorimetrische Verfahren anwenden lassen. Zusammen mit den ebenfalls neuen Ausdrücken über die Nachweis- und Bestimmungsempfindlichkeit chemischer Reaktionen werden am Beispiel einiger colorimetrischer Kupferbestimmungsverfahren die Leistungen gemessen und berechnet.

Die Messung erfolgt mit Hilfe des Langeschen lichtelektrischen Colorimeters, die Berechnung unter Berücksichtigung der Ringbomschen Fehlerformel. Sie führen zu dem Ergebnis, daß der wahre und höchste Wert für die Leistungen nur bei voller Gültigkeit des Beer-Lambertschen Gesetzes erreicht wird.

Es ergibt sich daraus eine neue Möglichkeit der Einstufung und Bewertung colorimetrischer Verfahren.

Bei der Durchführung der Messungen und Berechnungen stand mir Herr cand. chem. E. Heim zur Seite. Ihm sowie der Deutschen Forschungsgemeinschaft, die diese Zusammenarbeit ermöglichte, sage ich meinen besten Dank.

Aachen, Ende Oktober 1942.

Luftfreies Kohlendioxyd aus dem Kippschen Apparat für die Stickstoff-Bestimmung nach Dumas.

Von

Dr. R. Kraus.

Mitteilung aus dem analytischen Laboratorium
der Chemischen Werke Aussig-Falkenau, Werk Aussig.

[Eingegangen am 4. Februar 1943].

Der unter obigem Titel[1]) an dieser Stelle erschienene Beitrag von H. Brintzinger veranlaßt mich, darauf hinzuweisen, daß wir die Kohlensäure für die Mikro-Dumas-Bestimmung nicht aus Marmor und Salzsäure[2]), sondern schon seit vielen Jahren ausschließlich aus dem von Merck bezogenen „Natriumkaliumcarbonat, geschmolzen in Stangen nach Kreußler" herstellen. Dieses wird in glatten Zylindern von etwa 10 *cm* Länge und 2,3 *cm* Durchmesser geliefert; der Durchmesser ist der inneren Weite des Emichschen CO_2-Entwicklungsgerätes angepaßt. Nach dem Übergießen mit etwa 20%iger Schwefelsäure geben diese Stangen in der ausgespülten Apparatur ohne jede Vorbehand-

[1]) Diese Ztschrft. 125, 5 (1943). — [2]) Siehe Gattermann-Wieland, Die Praxis des organischen Chemikers, 27. Aufl. S. 50—52 (1940).

lung einen absolut luftfreien CO_2-Strom, wie an dem Auftreten der regelmäßigen „Mikrobläschen" im Azotometer zu beobachten ist. Der CO_2-Strom enthält zudem keine Spur Schwefelwasserstoff oder sonstige störende Verunreinigungen, so daß die bei Anwendung von Marmor und Salzsäure auftretenden Übelstände vermieden werden.

Über das rhodantitrimetrische Verfahren zur Bestimmung des Quecksilbers.

Von

Z. Karaoglanov.

[Eingegangen am 10. September 1942.]

Nachdem J. Volhard[1]) die Grundzüge des rhodantitrimetrischen Verfahrens zur Bestimmung des Quecksilbers angegeben hat, sind über die Brauchbarkeit dieses Verfahrens von mehreren Forschern Untersuchungen ausgeführt worden. Trotzdem kann nicht gesagt werden, daß das Verfahren in jeder Beziehung gut bekannt ist. Das wird im folgenden klar werden.

R. Cohn[2]) hat, um die Fehler des ursprünglichen Verfahrens zu vermeiden, eine ziemlich komplizierte Abänderung vorgeschlagen. E. Rupp und Mitarbeiter[3]) haben gezeigt, daß das Verfahren ganz brauchbare Resultate liefert, wenn die Titration in stark mit Salpetersäure angesäuerter Lösung durchgeführt wird und wenn die Lösung keine Chlor-Ionen enthält. Nach A. Rüdisüle[4]) dürfte sich das Verfahren nur zu annähernden Bestimmungen eignen. I. M. Kolthoff[5]) warnt vor Fehlern, die durch die hohe Temperatur verursacht werden können. Nach E. P. Fenimore und E. C. Wagner[6]) liefert das Verfahren ganz brauchbare Resultate nur, wenn in der zu titrierenden Lösung keine fremden Salze zugegen sind. R. Müller und O. Benda[7]) behaupten, daß das elektrometrische Verfahren zur Titration von Quecksilber bessere Resultate liefert als die rhodantitrimetrische Methode.

---

[1]) Ann. der Chem. **190**, 1 (1878); vgl. diese Ztschrft. **18**, 271, 288 (1879). — [2]) Ber. Deutsch. Chem. Ges. **34**, 3502 (1901); vgl. diese Ztschrft. **46**, 439 (1907). — [3]) E. Rupp und L. Krauss, Ber. Deutsch. Chem. Ges. **35**, 2015 (1902); vgl. diese Ztschrft. **46**, 439 (1907). E. Rupp und Ph. Nöll, Arch. der Pharm. **243**, 1 (1905); vgl. diese Ztschrft. **45**, 122 (1906). E. Rupp, Chem. Ztg. **32**, 1077 (1908); vgl. diese Ztschrft. **62**, 402 (1923). — [4]) Nachweis, Bestimmung und Trennung der chemischen Elemente, II, S. 426 (1913). — [5]) I. M. Kolthoff und L. H. van Berk, diese Ztschrft. **71**, 339 (1927); vgl. auch I. M. Kolthoff, Die Maßanalyse, II. Teil, 2. Aufl., S. 276 bis 78 (1931). — [6]) Vgl. diese Ztschrft. **94**, 367 (1933). — [7]) Ztschrft. f. anorg. Chem. **134**, 102 (1924); vgl. diese Ztschrft **65**, 361 (1924/25).

Die vorliegende Arbeit wurde einerseits durch diese ungünstigen und sich oft widersprechenden Behauptungen über die Brauchbarkeit dieses Verfahrens und andererseits durch folgende Beweggründe veranlaßt:

Meine Untersuchungen über die Reaktion $Hg^{\cdot\cdot} + CNS'$ haben gezeigt, daß ihre Empfindlichkeit als Fällungsreaktion im allgemeinen sehr gering ist, daß ein Überschuß von $Hg(NO_3)_2$ oder NH_4CNS die Reaktionsempfindlichkeit stark vermindert, und daß das QuecksilberII-rhodanid eine große Neigung zur Bildung von übersättigten Lösungen besitzt. Es war nun von Interesse, zu untersuchen, auf welche Weise diese Tatsachen für die Ergebnisse dieses Verfahrens von Bedeutung sind.

Versuchsteil.

Zur Lösung der gestellten Aufgaben habe ich die folgenden Untersuchungen über das Verfahren zur rhodantitrimetrischen Bestimmung des Quecksilbers ausgeführt:

I. Einfluß der Verdünnung, der Salpetersäuremenge, der Indikatormenge usw.

Für die nachstehenden Versuche wurden die folgenden Lösungen benutzt:

1. Ungefähr 0,1 n-Lösungen von $Hg(NO_3)_2$ und NH_4CNS. Die Lösung von $Hg(NO_3)_2$ enthielt außerdem noch in 2 Litern 4 *ccm* konz. Salpetersäure.

2. Eine Lösung von 50 *g* EisenIII-nitrat + 15 *ccm* konz. Salpetersäure in 250 *ccm* und eine Lösung von 425 *g* Eisenalaun und 17 *ccm* konz. Salpetersäure in 250 *ccm*.

3. 2 n-Salpetersäure.

In Tabelle I (S. 408) sind die Ergebnisse dieser Bestimmungen zusammengestellt.

Die Angaben dieser Tabelle bedürfen noch der folgenden Ergänzungen: Alle Titrationen wurden bei Zimmertemperatur durchgeführt. Bei den Versuchen 1—24 wurde QuecksilberII-nitrat mit Ammoniumrhodanid bis zur schwachen Rotfärbung titriert und bei den Versuchen 24 bis 27 wurde Ammoniumrhodanid mit QuecksilberII-nitrat bis zum Verschwinden der roten Färbung titriert. Als Indikator wurde hauptsächlich EisenIII-nitratlösung angewendet. Nur bei den Versuchen 15—18 wurde die Lösung von Eisenalaun benutzt.

Es folgt aus diesen Versuchsergebnissen:

1. Bei den Versuchen 1—4 war der Umschlagspunkt sehr scharf und die Resultate stimmten sehr gut überein, abgesehen von der QuecksilberII-nitratmenge.

2. Mit den Versuchen 5—8 wurde der Einfluß der Verdünnung untersucht. Hier stimmten die Resultate nicht so gut überein. Der Umschlag

trat etwas zu früh auf. Er war außerdem nicht so scharf, und zwar um so weniger, je verdünnter die zu titrierende Lösung war.

Tabelle I.

Nr.	$Hg(NO_3)_2$-Lösung ccm	Indikator ccm	Wasser ccm	2n-HNO_3-Lösung ccm	Angewendet zur Titration NH_4CNS-Lösung ccm
1	10	1	—	—	10,50
2	20	1	—	—	21,00
3	40	1	—	—	41,95
4	50	1	—	—	52,45
5	20	1	30	—	21,00
6	20	1	80	—	20,95
7	20	1	180	—	20,90
8	20	1	380	—	20,90
9	20	0,1	—	—	20,90
10	20	0,2	—	—	20,95
11	20	0,5	—	—	21,00
12	20	2,0	—	—	21,00
13	20	5,0	—	—	21,00
14	20	0,5	—	—	21,00
15	20	1,0	—	—	21,05
16	20	2,0	—	—	21,00
17	20	4,0	—	—	21,00
18	20	5,0	—	—	21,00
19	20	1	—	2	21,00
20	20	1	—	4	21,00
21	20	1	—	6	21,05
22	20	1	—	8	20,95
23	20	1	—	10	21,00
24	9,55	1	—	—	10,00
25	19,10	1	—	—	20,00
26	28,60	1	—	—	30,00
27	38,15	1	—	—	40,00

3. Mit den Versuchen 9—13 wurde der Einfluß der Indikatormenge untersucht. Es zeigte sich, daß nur bei den Versuchen 11—13 der Umschlag scharf war. Die Zunahme der Indikatormenge macht also die Bestimmungen sicherer und genauer.

4. Bei den Versuchen 14—18 wurde, wie erwähnt, als Indikator Eisenalaunlösung angewendet. Im Vergleich mit den Versuchen 11—13 zeigen diese Bestimmungen, daß es nicht von wesentlicher Bedeutung ist,

ob als Indikator EisenIII-nitrat oder Eisenalaun benutzt wird. Es ist jedenfalls das EisenIII-nitrat als Indikator vorzuziehen, da seine Lösung fast nicht gefärbt und der Umschlag schärfer ist.

5. Mit den Versuchen 19—23 wurde der Einfluß der Salpetersäure untersucht. Es zeigte sich, daß unter diesen Bedingungen der Umschlag ganz scharf ist und die Resultate sehr gut übereinstimmen.

6. Wenn Ammoniumrhodanid mit QuecksilberII-nitrat titriert wird (vgl. die Versuche 24—27), so stimmen die Resultate mit denjenigen überein, bei denen QuecksilberII-nitrat mit Ammoniumrhodanid titriert wird. Die Resultate des Verfahrens sind also nicht davon abhängig, ob QuecksilberII-nitrat mit Ammoniumrhodanid oder umgekehrt titriert wird.

II. Einfluß des Erwärmens.

Tabelle II.

Nr.	$Hg(NO_3)_2$-Lösung ccm	$Fe(NO_3)_3$-Lösung ccm	Wasser ccm	2 n-HNO_3 ccm	Temperatur	Angewendet zur Titration NH_4CNS-Lösung ccm
1	20	1	70	—	13°	21,00
2	20	5	70	—	13°	20,95
3	20	1	70	—	27°	21,00
4	20	1	—	—	55°	20,85
5	20	2	—	—	45°	20,90
6	20	1	—	10	47°	20,95
7	20	1	20	0	50°	20,90
8	20	1	20	5	46°	21,00

Bei diesen Versuchen wurde die zu titrierende Lösung vor der Titration erwärmt und nach dem Umschlagspunkt die Temperatur mit einem Thermometer gemessen. Es zeigte sich, daß bei hoher Temperatur der Umschlag etwas zu früh auftritt und nicht scharf genug ist. Außerdem sind die Resultate nicht übereinstimmend. Wenn aber eine erwärmte und titrierte Probe bei gewöhnlicher Temperatur stehen gelassen wird, so verschwindet die Färbung allmählich und sie tritt wieder auf, wenn neue Tropfen von NH_4CNS-Lösung zugegeben werden. Auf diese Weise kann man ganz befriedigende Resultate erhalten.

Die Versuche von Tabelle II ergaben ferner, daß der Einfluß der hohen Temperatur stärker ist, wenn die zu titrierende Lösung verdünnter, schwächer mit Salpetersäure angesäuert und stärker erwärmt ist. Im allgemeinen ist aber der Einfluß nicht sehr groß und, wie erwähnt, verschwindet er, wenn die erwärmte Lösung abgekühlt ist.

Der Einfluß der hohen Temperatur auf die Ergebnisse des rhodantitrimetrischen Verfahrens ist hauptsächlich mit Hydrolyse zu erklären. In diesem Sinne spricht die Tatsache, daß alle Faktoren, die zur Zurückdrängung der Hydrolyse führen, die Beseitigung der anormalen Resultate zur Folge haben. Es handelt sich dabei hauptsächlich um die Hydrolyse des EisenIII-salzes, es ist aber nicht ausgeschlossen, daß die Hydrolyse von QuecksilberII-nitrat und vielleicht auch von QuecksilberII-rhodanid dabei eine Rolle spielt. Es mag schließlich, wie I. M. Kolthoff und L. H. van Berk[1]) annehmen, die größere Konzentration von CNS' in der Lösung von QuecksilberII-rhodanid bei hoher Temperatur ebenfalls von Bedeutung sein. Abgesehen aber davon, welche Ursache der in Frage stehenden Erscheinung von Bedeutung ist, ist ihr Wert für die praktische Anwendung des Verfahrens durchaus nicht so groß, daß das Verfahren dadurch unbrauchbar würde.

III. Die Einstellung des Titers der Ammoniumrhodanidlösung.

Für die genauere Erkenntnis des Verfahrens zur rhodantitrimetrischen Bestimmung des Quecksilbers war es notwendig, die Konzentration der Ammoniumrhodanidlösung genau zu kennen. Sie wurde von mir folgendermaßen bestimmt:

Es wurden zwei reine Präparate von Silbernitrat benutzt, von denen die folgenden zwei Lösungen mit genau bekannten Konzentrationen bereitet wurden:

1. $AgNO_3$-Lösung I enthält 19,0900 *g* $AgNO_3$ in 1 Liter.
2. $AgNO_3$-Lösung II enthält 21,6890 *g* $AgNO_3$ in 1 Liter.

Außerdem wurden von reinem Quecksilber die folgenden zwei Lösungen bereitet:

1. 9,8728 *g* Hg wurden in konz. Salpetersäure gelöst; die Lösung wurde nach der Entfernung der Stickstoffoxyde auf 1 Liter verdünnt.
2. 11,2840 *g* Hg wurden in konz. Salpetersäure gelöst; die Lösung wurde mit Schwefelsäure in Überschuß versetzt, die Salpetersäure durch Erhitzen verjagt und die Lösung auf 1 Liter verdünnt.

Mit diesen Lösungen wurde die Konzentration des Ammoniumrhodanids eingestellt. Die Versuche sind in Tabelle III (S. 411) zusammengestellt.

Die Angaben dieser Tabelle bedürfen noch der folgenden Ergänzungen und Erläuterungen: Alle Titrationen wurden bei gewöhnlicher Temperatur, ohne Verdünnung der zu titrierenden Lösungen und in Gegenwart von 1—2 *ccm* EisenIII-nitratlösung durchgeführt. In der letzten Spalte ist aus den Versuchsergebnissen der Faktor der NH_4CNS-Lösung berechnet. Die beiden Zahlenreihen a und b, die in der zweiten und dritten Spalte

[1]) a. a. O.

angegeben sind, haben folgende Bedeutung: Die Zahlen der ersten Reihe geben die Mengen der angewendeten NH_4CNS-Lösung bzw. den Faktor dieser Lösung an, wenn die Titration des Silbernitrats bis zur ersten Rötung erfolgte. Bekanntlich verschwindet diese erste Rötung, wenn die Probe stehen gelassen wird[1]). Die Zahlen der zweiten Reihe geben die Mengen der angewendeten NH_4CNS-Lösung bzw. den Faktor dieser Lösung an, wenn die Titration so lange fortgesetzt wird, bis die Probe auch nach mehreren Stunden nicht entfärbt wird. Bei den Bestimmungen 7—15 fehlt die eine Zahlenreihe, da beim Titrieren von QuecksilberII-nitrat oder QuecksilberII-sulfat mit Ammoniumrhodanid die einmal eingetretene Rötung beim Stehen nicht verschwindet. Mit den Versuchen 13—15 wurde der Einfluß der Schwefelsäure untersucht. Hierzu wurden beim Versuch 15 10 *ccm*, bei dem Versuch 14 20 *ccm* und bei dem Versuch 15 40 *ccm* 0,1 n-Schwefelsäure zu der zu titrierenden Lösung zugesetzt, worauf mit Ammoniumrhodanidlösung titriert wurde.

Tabelle III.

Nr.	Urtitersubstanz	Titriert mit NH_4CNS-Lösung a Bis zum Eintritt der ersten Rötung	Titriert mit NH_4CNS-Lösung b Bis zum Eintritt der letzten Rötung	Faktor der NH_4CNS-Lösung Nach a	Faktor der NH_4CNS-Lösung Nach b
1	20 *ccm* $AgNO_3$-Lösung I	22,35	22,50	1,0053	0,9991
2	30 „ „ „	33,60	33,70	1,0030	1,0004
3	40 „ „ „	44,80	45,05	1,0030	0,9970
4	20 *ccm* $AgNO_3$-Lösung II	22,45	25,50	1,0032	1,0013
5	30 „ „ „	38,35	38,40	0,9987	0,9974
6	50 „ „ „	63,75	64,12	1,0013	0,9930
7	20 *ccm* $Hg(NO_3)_2$-Lösung	19,70	—	0,9988	—
8	30 „ „ „	29,55	—	0,9988	—
9	40 „ „ „	39,40	—	0,9988	—
10	20 *ccm* $HgSO_4$-Lösung	22,60	—	0,9961	—
11	30 „ „ „	33,80	—	0,9980	—
12	50 „ „ „	56,50	—	0,9982	—
13	40 *ccm* $Hg(NO_3)_2$-Lösung	39,50	—	0,9961	—
14	40 „ „ „	39,40	—	0,9988	—
15	40 „ „ „	39,40	—	0,9988	—

Es folgt aus den Ergebnissen dieser Versuche:

1. Wenn als Urtitersubstanz Silbernitrat angewendet wird, sind die Resultate davon abhängig, ob die Lösung bis zur ersten oder bis zur

[1]) I. M. Kolthoff, a. a. O.

dauernden Rötung titriert wird. Besser sind die Resultate, wenn die Titration bis zur dauernden Rötung fortgesetzt wird.

2. Wenn Quecksilber als Urtitersubstanz benutzt wird, so sind die Resultate übereinstimmend unabhängig davon, ob das Quecksilber in der Lösung als QuecksilberII-nitrat oder als QuecksilberII-sulfat vorhanden ist. Die Gegenwart von Sulfat-Ionen beeinflußt also die Resultate nicht. In demselben Sinne sprechen auch die Resultate der Versuche 13—15.

IV. Einfluß der Anionen Cl′, Br′ und PO_4'''.

Es wurden für diese Untersuchungen die folgenden Lösungen benutzt:

1. 0,1345 n-Salzsäure.
2. 0,1408 n-Bromwasserstoffsäure.
3. 0,0861 n-Phosphorsäure.
4. Dieselben Lösungen von QuecksilberII-nitrat, EisenIII-nitrat und Salpetersäure, die für die Versuche in den Tabellen I (S. 408) und II (S. 409) angewendet worden waren.
5. Eine ungefähr 0,1 n-Lösung von Ammoniumrhodanid.

Die Titrationen wurden bei gewöhnlicher Temperatur und ohne Verdünnung der zu titrierenden Proben durchgeführt.

a) Einfluß der Salzsäure.

Die Resultate dieser Versuche sind in Tabelle IV angegeben.

Tabelle IV.

Nr.	$Hg(NO_3)_2$-Lösung ccm	$Fe(NO_3)_3$-Lösung ccm	2 n-HNO_3-Lösung ccm	0,1345 n-HCl-Lösung ccm	Titriert mit NH_4CNS-Lösung ccm
1	20	1	—	0,5	17,55
2	20	1	—	1,0	17,00
3	20	1	—	2,5	15,5
4	20	1	—	5,0	12,4
5	20	1	—	10,0	6,5
6	20	1	—	12,5	3,8
7	20	1	—	15,0	1,5
8	20	1	—	20	0,4
9	20	1	—	30	0,1
10	20	5	—	5	12,4
11	20	1	5	5	12,3
12	20	1	10	5	12,3
13	20	1	—	—	18,25

Der Versuch 13 zeigt, daß in Abwesenheit von Salzsäure zur Titration von 20 *ccm* QuecksilberII-nitratlösung 18,25 *ccm* Ammoniumrhodanidlösung notwendig sind. Es sei noch bemerkt, daß beim Titrieren in Gegenwart von Salzsäure der Umschlag nicht scharf ist.

Man ersieht aus den Resultaten dieser Versuche, daß die verwendete Menge an Ammoniumrhodanidlösung mit Zunahme der Salzsäuremenge regelmäßig abnimmt. Schon 0,5 *ccm* Salzsäure verursachen einen Fehler von etwa 3%, während bei Gegenwart von 20 *ccm* Salzsäure praktisch keine Reaktion zwischen QuecksilberII-nitrat und Ammoniumrhodanid stattfindet. Berücksichtigt man ferner, daß die Lösung von Salzsäure 0,1345 normal und die Lösung von QuecksilberII-nitrat 0,104 normal ist, so zeigen einfache Berechnungen, daß der relative Fehler in Gegenwart von geringeren Salzsäuremengen größer ist.

Es folgt ferner aus den Ergebnissen der Versuche von Tabelle IV (S. 412), daß die Änderung der Indikatormenge und der Zusatz von Salpetersäure den Einfluß der Salzsäure nicht wesentlich ändern.

b) Einfluß der Bromwasserstoffsäure.

Tabelle V.

Nr.	$Hg(NO_3)_2$-Lösung *ccm*	$Fe(NO_3)_3$-Lösung *ccm*	0,1408 n-HBr-Lösung *ccm*	Verbrauch an NH_4CNS-Lösung *ccm*
1	20	1	—	18,25
2	20	1	0,5	17,55
3	20	1	1,0	16,90
4	20	1	2,5	15,05
5	20	1	5,0	12,00
6	20	1	10,0	5,85
7	20	1	15,0	0,25
8	20	1	20,0	0,1

Die Ergebnisse dieser Versuche zeigen, daß der Einfluß der Bromwasserstoffsäure auf die rhodantitrimetrische Bestimmung des Quecksilbers sich im allgemeinen in der gleichen Weise äußert, wie der Einfluß der Salzsäure. Vergleicht man aber die Versuchsergebnisse von Tabelle IV (S. 412) und Tabelle V genauer, so zeigt sich, daß der Einfluß der Bromwasserstoffsäure etwas stärker ist.

c) Der Einfluß, den die Chlor- und Brom-Ionen auf den Verlauf der Reaktion $Hg(NO_3)_2 + 2\,NH_4CNS \longrightarrow Hg(CNS)_2 + 2\,NH_4NO_3$ ausüben, steht unzweifelhaft im Zusammenhang mit der schwachen elektrolytischen

Dissoziation des QuecksilberII-chlorids und QuecksilberII-bromids. Es ist nun bekannt, daß die EisenIII-Kationen mit Phosphorsäure komplexe Verbindungen bilden. Es war nun von Interesse, zu erforschen, wie sich dieser Umstand auf die Ergebnisse des rhodantitrimetrischen Verfahrens zur Bestimmung von Quecksilber auswirken wird. In der Tabelle VI sind die Ergebnisse der entsprechenden Versuche angegeben.

Tabelle VI.

Nr.	$Hg(NO_3)_2$-Lösung *ccm*	$Fe(NO_3)_3$-Lösung *ccm*	2 n-HNO_3-Lösung *ccm*	0,0861 n-H_3PO_4-Lösung *ccm*	Verbrauch an NH_4CNS-Lösung *ccm*
1	20	2	10	5	18,25
2	20	2	10	10	18,20
3	20	2+1	10	15	18,25
4	20	2+1	10	20	18,27
5	20	2+3	10	40	18,27

Diese Versuche haben gezeigt, daß die Resultate des Verfahrens sehr von der Menge des Indikators und der Phosphorsäure abhängen. Das wird im folgenden klar. Bei den Versuchen 1 und 2 reichten 2 *ccm* EisenIII-nitratlösung aus, um richtige Resultate zu erhalten. Wenn aber zu einer Lösung, die 2 *ccm* EisenIII-nitrat- und 20 *ccm* $Hg(NO_3)_2$-Lösung, 10 *ccm* HNO_3 und 15 *ccm* H_3PO_4 enthält, genau 18,25 *ccm* Ammoniumrhodanidlösung zugesetzt werden (vgl. Versuch 3), so erhält man eine ganz schwache Farbänderung. Fügt man aber noch 1 *ccm* EisenIII-nitratlösung zu, so wird die Farbänderung ganz deutlich. Fast dieselben Erscheinungen beobachtet man, wenn man in Gegenwart von 20 *ccm* Phosphorsäure titriert (vgl. Versuch 4). Titriert man aber unter den Bedingungen des Versuchs 5, so bleibt beim Zusatz von 18,27 *ccm* Ammoniumrhodanidlösung die zu titrierende Lösung farblos, wenn sie 2, 3 oder 4 *ccm* EisenIII-nitratlösung enthält, und erst wenn 5 *ccm* $Fe(NO_3)_3$-Lösung zugesetzt werden, tritt eine deutliche Rötung auf. Außerdem tritt in Gegenwart von nur 2 oder 3 *ccm* EisenIII-nitratlösung und 40 *ccm* H_3PO_4-Lösung eine Farbänderung nicht auf, auch wenn man mehr als 18,27 *ccm* Ammoniumrhodanidlösung zusetzt.

Allgemeine Folgerungen.

Das rhodantitrimetrische Verfahren zur Bestimmung von Quecksilber liefert ganz befriedigende Resultate, wenn die Titration bei gewöhnlicher Temperatur durchgeführt wird und die zu titrierende Lösung mit Salpetersäure angesäuert ist. Die Resultate des Verfahrens hängen dabei nicht davon ab, ob das QuecksilberII-Salz $Hg(NO_3)_2$ oder $HgSO_4$ ist, ob

der Indikator EisenIII-nitrat oder Eisenalaun ist und ob das QuecksilberII-salz mit Ammoniumrhodanid oder umgekehrt titriert wird. Die Menge des Indikators beeinflußt die Resultate des Verfahrens ebenfalls nicht wesentlich, sobald die zu titrierende Lösung genug mit Salpetersäure angesäuert und nicht sehr verdünnt ist. Überhaupt ist das rhodantitrimetrische Verfahren zur Bestimmung des Quecksilbers ein sehr bequemes und zuverlässiges.

Die Resultate des Verfahrens sind aber schwankend und unbefriedigend, wenn die zu titrierende Lösung heiß oder sehr verdünnt oder nicht genügend mit Salpetersäure angesäuert ist. Die Schwankungen, die durch die hohe Temperatur hervorgerufen werden, verschwinden aber, wenn die Lösung kalt wird. Demzufolge ist der Einfluß der hohen Temperatur nicht von solcher Bedeutung, daß die wertvollen Vorzüge des Verfahrens dadurch vermindert würden.

In Gegenwart von Phosphorsäure sind die Ergebnisse des Verfahrens ungenau, wenn die Menge des Indikators gering ist. Wenn die Menge des Indikators jedoch groß und die Lösung genügend mit Salpetersäure angesäuert ist, so liefert das Verfahren auch in Gegenwart von Phosphorsäure befriedigende Resultate.

Die Gegenwart von Chlor- und Brom-Ionen bedingt negative Fehler. Diese Fehler sind relativ größer, wenn die Menge dieser Anionen geringer ist, und können überhaupt nicht beseitigt werden. In Gegenwart von Cl' oder Br' ist also das Verfahren unbrauchbar.

Die geeignete Urtitersubstanz zur Titerstellung der Rhodanlösung ist das Quecksilber. Für diesen Zweck löst man reines Quecksilber in Salpetersäure und entfernt die Stickstoffoxyde durch Erwärmen der Lösung. Silbernitrat kann ebenfalls als Urtitersubstanz benutzt werden, man muß aber dabei berücksichtigen, daß die Reaktion

$$Ag^{\cdot} + CNS' \longrightarrow AgCNS$$

zum Schluß sehr langsam verläuft.

Die Löslichkeit des QuecksilberII-rhodanids in Wasser ist zu groß, als daß das rhodantitrimetrische Verfahren zur Bestimmung des Quecksilbers als fällungsmaßanalytisches Verfahren in Frage kommen könnte. Zu dem gleichen Schluß kommt man, wenn man die Empfindlichkeit der Fällungsreaktion $Hg^{\cdot\cdot} + CNS'$, die Tatsache, daß das QuecksilberII-rhodanid die Eigenschaft hat, übersättigte Lösungen zu bilden, und die Eigenschaft des QuecksilberII-rhodanids, mit Rhodansalzen und mit QuecksilberII-Salzen komplexe Verbindungen zu bilden, berücksichtigt. Das rhodantitrimetrische Verfahren zur Bestimmung des Quecksilbers beruht ausschließlich auf der Tatsache, daß QuecksilberII-rhodanid und EisenIII-rhodanid schwache Elektrolyte sind. In dieser Beziehung unterscheidet sich dieses Verfahren wesentlich von dem Volhardschen

Verfahren zur Bestimmung des Silbers. Wenn also Lösungen von QuecksilberII-nitrat oder QuecksilberII-sulfat in Gegenwart von EisenIII-nitrat mit Ammoniumrhodanid titriert werden, so verlaufen nacheinander die Vorgänge:

$$Hg^{\cdot\cdot} + 2\,CNS' \longrightarrow Hg(CNS)_2 \text{ und}$$
$$Fe^{\cdot\cdot\cdot} + 3\,CNS' \longrightarrow Fe(CNS)_3.$$

Da QuecksilberII-chlorid und QuecksilberII-bromid auch sehr schwache Elektrolyte sind, so sind die Resultate des Verfahrens in Gegenwart dieser Salze unbrauchbar.

Die Eigenschaft des EisenIII-Ions, mit Phosphorsäure komplexe Verbindungen zu bilden, erfordert bei der Titration die Einhaltung von speziellen Bedingungen hinsichtlich der Indikatormenge. Da ferner die Hydrolyse von EisenIII- und QuecksilberII-salzen zu unbefriedigenden Ergebnissen führt, müssen bei der rhodantitrimetrischen Bestimmung des Quecksilbers solche Versuchsbedingungen eingehalten werden, die die Hydrolyse überhaupt zurückdrängen.

Sofia (Bulgarien), Chemisches Institut der Universität.

Eine neue volumetrische Methode zur Glucosebestimmung.

Von

M. Niculescu und N. Căplescu.

[Eingegangen am 21. Dezember 1942.]

Die zahlreichen Zuckerbestimmungsmethoden kann man in physikalische und chemische Methoden einteilen.

Zu der ersten Gruppe der physikalischen Methoden gehören die polarimetrischen, die densimetrischen und die refraktometrischen Verfahren.

Die chemischen Methoden der zweiten Gruppe gründen sich auf die Reduktionswirkung der meisten Zucker auf einige Lösungen und können in zwei Untergruppen eingeteilt werden: Die volumetrischen Verfahren, mit denen man die Zuckermenge auf Grund der Menge der titrierten Lösung, die vom Zucker reduziert worden ist, bestimmt, und die gravimetrischen Verfahren, wie die Methode Allihn, bei der man die Zuckerkonzentration auf Grund der gewichtsanalytisch ermittelten Menge von metallischem Kupfer findet, das man bei der Reduktion des ausgeschiedenen KupferI-oxyds erhält. Aus der gefundenen Kupfermenge findet man in Spezialtabellen die entsprechende Zuckermenge.

Einige von den bis jetzt bekannten Zuckerbestimmungen sind kompliziert, langwierig und kostspielig.

Die von uns jetzt angegebene Methode besitzt den Vorteil, sehr einfach zu sein; ferner erlaubt sie Serienanalysen und benötigt keine teuren Reagenzien oder Spezialapparaturen.

Arbeitsweise:

Das Prinzip unserer Methode ist folgendes: Man oxydiert Glucose mit einem Überschuß einer eingestellten Kaliumdichromatlösung und konz. Schwefelsäure. Nach der Oxydation titriert man den Überschuß mit einer Lösung von EisenII-ammoniumsulfat (Mohrschem Salz) zurück und berechnet die Glucosemenge aus der verbrauchten Menge Kaliumdichromat.

Die bei dieser Methode erforderlichen Reagenzien sind:

1. Kaliumdichromatlösung (6,5334 *g*/1000 *ccm*). 1 *ccm* dieser Lösung entspricht 1 *mg* Glucose nach folgender Gleichung:
$4\,K_2Cr_2O_7 + C_6H_{12}O_6 + 16\,H_2SO_4 = 4\,K_2SO_4 + 4\,Cr_2(SO_4)_3 + 6\,CO_2 + 22\,H_2O$.

2. Eine Lösung von Mohrschem Salz, die 26,286 *g* Mohrsches Salz, 3 *ccm* konz. Schwefelsäure und 3 *cm* Klavierdraht je Liter enthält.

3. Eine 1%ige KaliumeisenIII-cyanidlösung, die vor dem Gebrauch hergestellt wird.

4. Konz. Schwefelsäure (66° Bé).

Die Arbeitsweise ist folgende:

Zuerst bestimmt man den Titer der Lösung von Mohrschem Salz gegenüber der Kaliumdichromatlösung. Dazu gibt man 20 *ccm* Kaliumdichromatlösung in ein konisches Glas von etwa 500 *ccm* Inhalt, fügt dann 10 *ccm* konz. Schwefelsäure zu und füllt mit Wasser auf 400 *ccm* auf. Danach titriert man unter Tüpfeln mit einer Lösung von Mohrschem Salz, indem man ständig mit einem Glasstab umrührt.

Die gelbrote Farbe der Kaliumdichromatlösung geht dabei in Dunkelgrün und nachher in Blau über. Sobald man die dunkelgrüne Farbe beobachtet, kann man mit dem Tüpfeln beginnen. Dazu nimmt man mit dem Glasstäbchen einen Tropfen aus der Dichromatlösung heraus, gibt ihn auf eine weiße Porzellanplatte und setzt daneben einen Tropfen frisch hergestellter KaliumeisenIII-cyanidlösung. Wenn beim Vermischen der beiden Tropfen eine blaue Farbe auftritt, so ist die Titration beendet. Anderenfalls fügt man noch einige Tropfen von der Lösung des Mohrschen Salzes hinzu und wiederholt die erwähnte Probe so lange, bis die blaue Färbung erzielt wird, wobei der Überschuß von Mohrschem Salz und KaliumeisenIII-cyanid EisenIII-eisenII-cyanid gibt. So ergibt sich das Verhältnis von 1 *ccm* der titrierten Kaliumdichromatlösung zu 1 *ccm* Lösung von Mohrschem Salz.

Dann geht man wie folgt vor: In ein Becherglas von 200 *ccm* gibt man, entsprechend der Konzentration der Glucose, einige Kubikzentimeter

dieser Lösung, dann eine bekannte Menge von Kaliumdichromatlösung und nachher konz. Schwefelsäure. Man schüttelt das Glas und hält es auf dem Wasserbad, bis die Einwirkung beendet ist. Nachher bringt man den Inhalt quantitativ in ein konisches Glas von etwa 500 *ccm*, füllt mit Wasser bis zu 400 *ccm* auf und titriert unter Tüpfeln den Überschuß von Kaliumdichromat mit der Lösung von Mohrschem Salz in derselben Weise wie bei der Feststellung des Titers der Lösung von Mohrschem Salz zurück.

Wenn man mit M die Zahl der ermittelten Kubikzentimeter der Lösung von Mohrschem Salz bei der Titration des Kaliumdichromat-Überschusses bezeichnet, mit N die Zahl der Kubikzentimeter der Lösung von Mohrschem Salz, die der ganzen Menge des Kaliumdichromats entsprechen, so bekommt man die Gleichung: $N - M = P$, in der P die Kubikzentimeter Lösung von Mohrschem Salz bedeutet, die der zur Oxydation der Glucose nötigen Menge von Kaliumdichromat entsprechen. Da wir bei der Feststellung des Titers der Lösung von Mohrschem Salz die Zahl der titrierten Kubikzentimeter Kaliumdichromatlösung, die 1 *ccm* Lösung von Mohrschem Salz entsprechen, ermitteln, so können wir schreiben: $P \times R = Q$, wobei R die Zahl der Kubikzentimeter Kaliumdichromatlösung, die 1 *ccm* Lösung von Mohrschem Salz entsprechen, bedeutet, und Q die Zahl der Kubikzentimeter Kaliumdichromatlösung ist, die P Kubikzentimeter Lösung von Mohrschem Salz entsprechen.

Da die Konzentration der Kaliumdichromatlösung so eingestellt ist, daß 1 *ccm* Kaliumdichromatlösung 1 *mg* Glucose entspricht, so gibt Q auch die Menge der zu bestimmenden Glucose an.

Wenn wir eine Glucoselösung von unbekannter Konzentration haben, dann gehen wir zur Bestimmung der zur Oxydation notwendigen Menge von Kaliumdichromat und Schwefelsäure wie folgt vor:

Zuerst machen wir einen Versuch. Dazu geben wir in ein Becherglas 20 *ccm* titrierte Kaliumdichromatlösung und 10 *ccm* konz. Schwefelsäure, dann einige Kubikzentimeter Glucoselösung, deren Konzentration wir bestimmen wollen. Man erwärmt auf dem Wasserbad und beobachtet die Farbänderung. Die Färbung geht zuerst in Dunkelgrün über und, falls zu viel Glucose vorhanden ist, in Blau. In diesem Falle fügt man noch so viele Kubikzentimeter Kaliumdichromatlösung hinzu, daß die Farbe dunkelgrün bleibt. Auf diese Weise wird die notwendige Menge an Kaliumdichromatlösung zur Oxydation der Glucose ermittelt. Die Farbänderung kann sofort oder erst nach einer gewissen Zeit stattfinden, so daß man während der ganzen Dauer der Oxydation die Farbe der Lösung beobachten muß. Wenn nach 10—15 Min. die Farbe gleich bleibt, so ändert sie sich nicht mehr. Weiter ist nach diesem Versuch zu erkennen, in welchem Umfang man zur Vermeidung einer zu großen Menge von Kalium-

dichromatlösung und Schwefelsäure schon von vorneherein die Konzentration der Glucose beschränken muß.

Die von uns erhaltenen Ergebnisse haben wir mit denen der klassischen Methode **Mohr-Bertrand** verglichen.

I. Versuch: Wir haben zunächst mit einer Glucosemenge von ungefähr 1:100 (890 *mg* Glucose je 100 *ccm*) gearbeitet.

In diesen Versuchen hielten wir die Glucosemenge unverändert, änderten dagegen die Kaliumdichromat- und die Schwefelsäuremenge zur Beobachtung der Oxydation in folgender Weise: Erstens änderten wir die Kaliumdichromatmenge und hielten die Schwefelsäuremenge unverändert, zweitens änderten wir die Schwefelsäuremenge und hielten die Kaliumdichromatmenge unverändert.

Die erste Versuchsserie wurde wie folgt durchgeführt:

In einige Bechergläser von 200 *ccm* gab man je 2 *ccm* Glucoselösung, entsprechend 17,80 *mg* Glucose, und 20, 23, 25, 27, 30, 36 *ccm* Kaliumdichromatlösung und je 5 *ccm* konz. Schwefelsäure. Jedes Glas wurde 60 Min. auf dem Wasserbad erwärmt und alle Proben wurden doppelt ausgeführt.

Die Tabelle I zeigt unsere Resultate:

Tabelle I.

$K_2Cr_2O_7$-Lösung *ccm*	H_2SO_4 *ccm*	Glucose *mg*	Mittelwert *mg*	Gefunden Glucose *mg*	Mittelwert *mg*	Differenz *mg*
20	5	17,80 17,80	17,80	17,70 17,67	17,68	— 0,12
23	5	17,80 17,80	17,80	17,70 17,85	17,77	— 0,03
25	5	17,80 17,80	17,80	17,90 17,75	17,82	± 0,02
27	5	17,80 17,80	17,80	17,81 17,88	17,84	± 0,04
30	5	17,80 17,80	17,80	17,85 17,81	17,83	— 0,03
36	5	17,80 17,80	17,80	17,81 17,81	17,81	± 0,01

In der zweiten Versuchsserie haben wir die Menge der Schwefelsäure von je 5 in 10 und 15 *ccm* verändert bei 20 *ccm* Kaliumdichromatlösung. Die erzielten Resultate zeigt die Tabelle II (S. 420).

Tabelle II.

$K_2Cr_2O_7$-Lösung ccm	H_2SO_4 ccm	Glucose mg	Mittelwert mg	Gefunden Glucose mg	Mittelwert mg	Differenz mg
20	5	17,80 17,80	17,80	17,70 17,67	17,68	− 0,12
20	10	17,80 17,80	17,80	17,88 17,88	17,88	+ 0,08
20	15	17,80 17,80	17,80	17,88 17,88	17,88	+ 0,08

Aus den Tabellen I und II sieht man, daß Überschüsse an Kaliumdichromat und Schwefelsäure die Resultate nicht ändern; der Überschuß an Kaliumdichromat wird mit der Lösung von Mohrschem Salz zurücktitriert.

II. Versuch. Bei diesem Versuch arbeiteten wir mit verschiedenen Glucosemengen. So nahmen wir von einer Glucoselösung von ungefähr 1:100 (die 8,9 *mg* je Kubikzentimeter enthält) verschiedene Mengen, zu denen wir Kaliumdichromat und Schwefelsäure zufügten. Dann wurde die Mischung 60 Min. auf dem Wasserbad erwärmt. Die Kaliumdichromatmenge haben wir nach der Glucosemenge eingestellt.

Die gefundenen Resultate sind in Tabelle III enthalten.

Tabelle III.

$K_2Cr_2O_7$-Lösung ccm	H_2SO_4 ccm	Glucose mg	Mittelwert mg	Gefunden Glucose mg	Mittelwert mg	Differenz mg
20	5	8,90 8,90	8,90	8,70 8,70	8,70	− 0,20
20	5	17,80 17,80	17,80	17,81 17,81	17,81	+ 0,01
30	5	26,70 26,70	26,70	26,51 26,51	26,51	− 0,19
40	5	35,60 35,60	35,60	32,43 32,32	32,37	− 3,23

Aus der Tabelle sieht man, daß bei größeren Glucosemengen die Differenz zwischen der gefundenen und der vorhandenen Glucose steigt. Das sieht man bereits bei der dritten Probe, während bei der zweiten fast keine Differenz bemerkbar ist. Bei dem dritten Versuch ist die Differenz noch klein und könnte ein Experimentalfehler sein, bei dem

vierten aber ist es eine ungenügende Oxydation. Darum prüften wir, ob nicht vielleicht die Oxydationszeit zu kurz war und ob die Zeit auf dem Wasserbad nicht ausreichend war.

Wir wiederholten den Versuch 4. indem wir zwei Proben 90 und weitere zwei Proben 120 Min. auf dem Wasserbad hielten.

Versuch 4 (a): 90 Min. auf dem Wasserbad:

	Gefunden	Gegeben
1.	34,62 *mg*	35,60 *mg*
2.	34,82 *mg*	35,60 *mg*

Versuch 4 (b): 120 Min. auf dem Wasserbad:

	Gefunden	Gegeben
1.	35,45 *mg*	35.60 *mg*
2.	35,44 *mg*	35,60 *mg*

Aus diesen Ergebnissen sieht man, daß die Differenzen bei dem Versuch 4 (b) klein sind. Wenn daher die Glucosemenge größer ist, so ist die zur Oxydation benutzte Zeit länger. Um die Zeit der Oxydation zu kürzen, nahmen wir mehr Schwefelsäure, aber dieselbe Menge Kaliumdichromatlösung und Glucose. Wir gingen daher aus von 4 *ccm* Glucoselösung, 40 *ccm* Kaliumdichromatlösung und 40 *ccm* Schwefelsäure.

Wir erzielten folgendes Resultat:

Gefunden	Gegeben
35,60 *mg*	35,60 *mg*
35,46 *mg*	35,60 *mg*

Hier betrug die Oxydationszeit nur 35 Min.

Um daher die Oxydationszeit bei größeren Glucosemengen zu kürzen, schlagen wir vor, daß man eine Glucosemenge von etwa 20 *mg* wählt oder daß man bei Verwendung größerer Kaliumdichromatmengen auch die Mengen an Schwefelsäure steigert.

III. Versuch. In einer neuen Versuchsreihe benutzten wir eine Glucoselösung (1:100), die 9,76 *mg* Glucose je Kubikzentimeter enthielt. Wir nahmen 2 und 3 *ccm* dieser Lösung in je ein 200 *ccm*-Becherglas und fügten 25 und 35 *ccm* Kaliumdichromatlösung und je 10 *ccm* Schwefelsäure hinzu. Die Proben wurden doppelt ausgeführt und 30 Min. auf dem Wasserbad gehalten.

Wir erhielten folgende Resultate:

Probe mit 2 *ccm* Glucoselösung:

	Gefunden	Gegeben
1.	16,85 *mg*	19,52 *mg*
2.	16,85 *mg*	19,52 *mg*

Probe mit 3 *ccm* Glucoselösung:

	Gefunden	Gegeben
1.	26,85 *mg*	29,28 *mg*
2.	26,85 *mg*	29,28 *mg*

Bei einem Vergleich sieht man sofort, daß die gefundenen Werte viel kleiner sind als die gegebenen. Dies ist einer ungenügenden Oxydation zuzuschreiben, obwohl die Versuchszeit genügend war. Sicherlich hängt die ungenügende Oxydation von den einzelnen Bestandteilen der oxydierenden Mischung ab. Da die Kaliumdichromatmenge ausreichend war, bleibt zu untersuchen, ob die Schwefelsäuremenge groß genug ist.

Darum haben wir die Schwefelsäuremenge auf das Doppelte, also auf 20 *ccm*, erhöht.

Wir fanden dann:

Probe mit 2 *ccm* Glucoselösung

	Gefunden	Gegeben
1.	18,40 *mg*	19,52 *mg*
2.	18,40 *mg*	19,52 *mg*

Probe mit 3 *ccm* Glucoselösung

	Gefunden	Gegeben
1.	27,90 *mg*	29,28 *mg*
2.	27,90 *mg*	29,28 *mg*

Man sieht, daß die Resultate zwar besser sind, aber noch nicht zufriedenstellend, daß daher die Schwefelsäuremenge noch nicht ausreicht. Um die Ergebnisse noch zu verbessern, benutzten wir in den folgenden Versuchen 25 *ccm* Schwefelsäure.

Wir erhielten folgende Resultate:

Probe mit 2 *ccm* Glucoselösung

	Gefunden	Gegeben
1.	19,38 *mg*	19,52 *mg*
2.	19,40 *mg*	19,52 *mg*

Probe mit 3 *ccm* Glucoselösung

	Gefunden	Gegeben
1.	29,60 *mg*	29,28 *mg*
2.	29,60 *mg*	29,28 *mg*

Hier sind die Resultate zufriedenstellend, und man kann behaupten, daß die Schwefelsäuremenge der Kaliumdichromatmenge fast gleich sein muß. Zu unseren weiteren Versuchen wurden daher 25—35 *ccm* Kaliumdichromatlösung und 25 *ccm* Schwefelsäure verwendet.

IV. Versuch. Anschließend an die geschilderten Versuche führten wir eine Reihe weiterer Versuche durch, von denen wir hier nur einen Teil wiedergeben.

Wir benutzten eine Lösung, die 9,76 *mg* Glucose je Kubikzentimeter enthielt; jeder Versuch wurde doppelt ausgeführt.

Die erzielten Resultate sind folgende:

a) 1 *ccm* Glucoselösung + 15 *ccm* Kaliumdichromatlösung + 15 *ccm* konz. Schwefelsäure.

	Gefunden	Gegeben
1.	9,84 *mg*	9,76 *mg*
2.	9,84 *mg*	9,76 *mg*

b) 2 *ccm* Glucoselösung + 25 *ccm* Kaliumdichromatlösung + 25 *ccm* konz. Schwefelsäure.

	Gefunden	Gegeben
1.	19,38 *mg*	19,52 *mg*
2.	19,40 *mg*	19,52 *mg*

c) 2,5 *ccm* Glucoselösung + 30 *ccm* Kaliumdichromatlösung + 30 *ccm* konz. Schwefelsäure.

	Gefunden	Gegeben
1.	24,56 *mg*	24,40 *mg*
2.	24,56 *mg*	24,40 *mg*

d) 3 *ccm* Glucoselösung + 35 *ccm* Kaliumdichromatlösung + 35 *ccm* konz. Schwefelsäure.

	Gefunden	Gegeben
1.	29,60 *mg*	29,28 *mg*
2.	29,60 *mg*	29,28 *mg*

e) 4 *ccm* Glucoselösung + 45 *ccm* Kaliumdichromatlösung + 45 *ccm* konz. Schwefelsäure.

	Gefunden	Gegeben
1.	38,90 *mg*	39,04 *mg*
2.	39,04 *mg*	39,04 *mg*

Schlußfolgerungen.

Aus den erzielten Ergebnissen ist zu erkennen, daß die von uns angegebene Methode für die Bestimmung der Glucose mit Erfolg gebraucht werden kann. Sie hat den Vorteil, sehr einfach und billig zu sein.

Aus unseren Versuchen geht ferner hervor, daß man nur dann genaue Ergebnisse erhalten kann, wenn man noch folgende Punkte berücksichtigt:

1. Neben der Glucose dürfen keine anderen oxydierbaren Stoffe vorhanden sein.

2. Die zu bestimmende Glucosemenge soll zwischen 10 und 25 *mg* betragen.

3. Von der Kaliumdichromatlösung und der Schwefelsäure muß man die angegebenen Mengen verwenden. Dann hat man keine Reagenzienverschwendung und Zeitverluste durch den Oxydationsvorgang.

Bukarest (Rumänien), Laboratorium für Gärungsforschung, Technische Hochschule.

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagenzien.

Von

R. Fresenius. K. Fresenius. Lina Keil.

Literatur. G. Kortüm, Colorimetrie und Spektralphotometrie. Eine Anleitung zur Ausführung von Absorptions-, Fluorescenz- und Trübungsmessungen an Lösungen. VI, 209 Seiten mit 94 Abbildungen und einem Bildnis. Springer-Verlag, Berlin 1942. Preis geh. RM. 12.60.

Die vorliegende Anleitung behandelt in dem ersten Kapitel die allgemeinen Grundlagen von Colorimetrie und Spektralphotometrie, und zwar werden nach einem einleitenden Abschnitt besprochen absolute und relative Messungen, das Lambert-Beersche Gesetz und sein Geltungsbereich, Empfindlichkeit, Reproduzierbarkeit, Genauigkeit und Richtigkeit der Messung, allgemeine Fehlerquellen, die Einteilung der Methoden nach ihrem Meßprinzip. In dem zweiten Kapitel werden die visuellen Methoden behandelt, und zwar werden nach einer Fehlerdiskussion besprochen die subjektive Colorimetrie, die subjektive Spektralphotometrie, Fluorescenzmessungen und Trübungsmessungen. Das dritte Kapitel „Lichtelektrische Methoden" bringt die Photozellen und ihre für photometrische Messungen wichtigsten Eigenschaften, eine Fehlerdiskussion, verschiedene Meßverfahren, die objektive Colorimetrie und die objektive Spektralphotometrie. Das vierte Kapitel „Spektrographische Methoden" umfaßt folgende Abschnitte: Meßprinzip und Fehlerdiskussion. — Verschiedene Meßverfahren. — Einzelheiten zur Aufnahmetechnik. — Auswertung der Platten. — Allgemeine Gesichtspunkte bei der Aufnahme von Absorptionskurven und graphische Darstellung der Spektren. — Fluorescenzspektren. Das fünfte und letzte Kapitel behandelt die Auswahl der Methode nach dem Zweck der Untersuchung und gibt Anwendungsbeispiele. Hier finden sich Untersuchungen über die Konstitution des Nitrat-, Nitrit- und Pernitrit-Ions, die Konstitutionsbestimmung des Vitamins A, Tautomeriegleichgewichte, die Konstitution des Chinhydrons in wäßriger Lösung, das Assoziationsgleichgewicht des Phenols in CCl_4-Lösung, optische p_H-Messungen, die Bestimmung der Dissoziationskonstanten von Indikatorsäuren und -basen, Fluorescenzauslöschung, die analytische Bestimmung des Eisens, lichtelektrische Titrationen. Eine Zusammenstellung neuerer zusammenfassender Darstellungen aus gleichen und verwandten Gebieten und ein Sachverzeichnis bilden den Abschluß.

Diese knappe Inhaltsangabe zeigt am besten, was die vorliegende wichtige Neuerscheinung bringt. Die Anleitung wird in einer Zeit, in der die colorimetrischen und spektralphotometrischen Methoden immer mehr an Bedeutung gewinnen, bald zu den unentbehrlichen Laboratoriumsbüchern gehören.

Die Anleitung ist als Band II der Sammlung „Anleitungen für die chemische Laboratoriumspraxis" erschienen. Diese Sammlung ist von

dem leider so früh verstorbenen Forscher Eduard Zintl begründet worden, dessen lebensvolles Bildnis das Buch schmückt. In einem Vorwort betont R. Brill, daß er die Sammlung im Geiste Zintls weiterführen wird.

A. Eucken, Grundriß der physikalischen Chemie. 5. Auflage. XXIV, 715 Seiten. mit 189 Abbildungen. Akademische Verlagsgesellschaft Becker & Erler Kom.-Ges., Leipzig 1942. Preis geb. RM. 29.—.

Von der vierten Auflage dieses ausgezeichneten Lehrbuchs[1]) unterscheidet sich die vorliegende fünfte Auflage, abgesehen von einigen notwendig gewordenen Änderungen und Ergänzungen, kaum wesentlich. Bemerkenswert ist nur, daß sie im Anhang ein Verzeichnis von 128 physikalisch-chemischen Fragestellungen enthält, die meist wieder aus mehreren Einzelfragen bestehen. Die Antworten muß sich der Studierende aus dem Buch erarbeiten, eine vorzügliche Vorbereitung zum Examen.

Jörn Lange. Einführung in die physikalische Chemie (Thermodynamik, Kinetik). VIII. 204 Seiten mit 98 Abbildungen. Springer-Verlag. Wien 1942. Preis geh. RM. 9.60.

Die Einführung in die physikalische Chemie von Jörn Lange zerfällt in zwei große Kapital. Im allgemeinen Teil des Kapitels Thermodynamik werden behandelt die Zustandsgleichung des idealen Gases, der erste und der zweite Hauptsatz der Thermodynamik und die Thermodynamik der Mischphasen, im speziellen Teil der osmotische Druck, das Gleichgewicht Flüssigkeit — Gasphase, das Gleichgewicht Flüssigkeit — feste Phase, chemische Gleichgewichte, elektromotorische Kräfte, Grenzflächengleichgewichte, der Nernstsche Wärmesatz. Das zweite Kapitel ist der Kinetik vorbehalten. Bei den Flüssigkeiten werden besprochen die innere Reibung von Flüssigkeiten, die elektrische Leitfähigkeit von Elektrolyten, die Diffusion, die chemische Reaktionskinetik, bei den Gasen die kinetische Gastheorie und die chemische Reaktionskinetik der Gase. In einem Anhang findet sich die Ableitung des Entropiesatzes aus dem zweiten Hauptsatz der Thermodynamik und eine Zusammenstellung der Lösungen aller in den verschiedenen Paragraphen gestellten Aufgaben. Den Schluß bildet das Sachverzeichnis.

Das Buch kann bestens empfohlen werden für jeden Leser, der sich in die Thermodynamik und Kinetik einführen lassen will.

H. A. Stuart, Kurzes Lehrbuch der Physik. VII. 269 Seiten mit 378 Abbildungen. Springer-Verlag, Berlin 1942. Preis geh. RM. 9.60.

An guten Lehrbüchern der Physik ist kein Mangel. Deshalb interessiert bei einem neuen Lehrbuch vor allem, zu hören, was es bezweckt. Das vorliegende Buch soll den Hörern der Experimentalphysik in Ergänzung der Vorlesung eine elementare, möglichst anschauliche Einführung in die Grundbegriffe und Vorstellungen der Physik geben. Nach einer kurzen Einleitung über Abgrenzung und Aufgaben der Physik und

[1]) Vgl. diese Ztschrft. 98, 35 (1934).

über die Methodik der Physik werden in fünf großen Kapiteln behandelt Mechanik, Schwingungs- und Wellenlehre sowie Akustik, Wärmelehre, Elektrizität und Magnetismus, Optik und allgemeine Strahlungslehre. Die Ausführungen sind klar und verständlich, eine große Zahl von Abbildungen unterstützt den Text. Das Buch wird seinen Zweck bestimmt erfüllen; darüber hinaus wird es sicher auch manchem Chemiker willkommen sein, der sich über die Anschauungen der modernen Physik unterrichten will.

Werner Schulze, Allgemeine und physikalische Chemie. I. Teil, Band 71 der Sammlung Göschen: 146 Seiten mit 22 Abbildungen. II. Teil, Band 698 derselben Sammlung: 160 Seiten mit 36 Abbildungen. Verlag von Walter de Gruyter & Co., Berlin 1942. Preis geb. je Band RM. 1.62.

Der erste Band, der in die allgemeine und physikalische Chemie einführen soll, behandelt nach einem einleitenden Kapitel, das die Grundlagen der Thermodynamik, der Kinetik und der Quantenmechanik bringt, die atomistische Struktur der Materie, die Aggregatzustände und ihre Umwandlungen, die Lösungen, die Elektrolyse, die Energieumsätze und schließlich das chemische Gleichgewicht. Die Darstellung ist klar und leicht verständlich.

Der zweite Band, der schon etwas größere mathematische und physikalische Kenntnisse voraussetzt, behandelt die elektromotorischen Kräfte, die Temperaturabhängigkeit von Gleichgewichten, die Geschwindigkeit chemischer Reaktionen, Atombau und chemische Bindung. Die beiden Bände bringen unendlich viele Tatsachen in knapper, klarer Form, so daß der Leser einen guten Überblick gewinnen kann. Das Kapitel über Atombau und chemische Bindung zeigt, daß auch die Ergebnisse der neueren Forschung berücksichtigt sind. Die Bändchen können bestens empfohlen werden.

Erich Müller, Elektrochemisches Praktikum. Sechste, veränderte Auflage. XVI, 287 Seiten mit 90 Abbildungen, 8 Skizzen und 31 Schaltungsskizzen. Verlag von Theodor Steinkopff, Dresden und Leipzig 1942. Preis geb. RM. 10.—.

Seit die fünfte Auflage[1]) dieses in weiten Kreisen von Fachgenossen bekannten Buches erschienen ist, sind erst zwei Jahre vergangen. Trotzdem ist die neue Auflage kein unveränderter Abdruck der vorigen, vielmehr hat der Verfasser, allerdings ohne an dem bewährten Charakter und der Einteilung etwas zu ändern, eine sehr sogrfältige Bearbeitung vorgenommen, namentlich auch den erläuternden Text erweitert und vervollkommnet, wofür ihm die sicher zahlreichen Benutzer des Buches dankbar sein werden.

F. Gössler, Bogen- und Funkenspektrum des Eisens von 4555 Å bis 2227 Å mit gleichzeitiger Angabe der Analysenlinien der wichtigsten Elemente. Textteil: 36 Seiten. 7 Tafeln zum Bogenspektrum und 7 Tafeln zum Funkenspektren in je einer Mappe. Verlag von Gustav Fischer, Jena 1942. Preis kart. RM. 40.—.

[1]) Vgl. diese Ztschrft. 121, 355 (1941).

Der vorliegende Atlas des Bogen- und Funkenspektrums des Eisens besteht aus je 7 Tafeln des Bogenspektrums und des Funkenspektrums auf festem Karton. Die Spektren sind mit abgestufter Intensität im Bereich von 4555 bis 2227 Å aufgenommen. Bei den schwächeren Spektren treten nur die Hauptlinien deutlich und ohne Überstrahlung auf, dagegen erscheinen bei den stärkeren Spektren auch noch die schwachen Linien. Zur schnelleren Orientierung ist eine Wellenlängenskala über dem Spektrum eingezeichnet. An dieser Skala kann man die Wellenlängen der Eisenlinien auf weniger als 1 Å genau am mittleren und kurzwelligen Ultraviolett ablesen. Da die Hauptnachweislinien der wichtigsten Elemente in das Eisenspektrum angezeichnet sind, ist für eine einfache qualitative Analyse die Bestimmung von Wellenlängen nicht notwendig und die Verwendung von Tabellen ist entbehrlich. Man muß nur das projizierte Spektrum auf dieselbe Größe bringen wie die Tafeln. Das Aufsuchen der Analysenlinien wird hierdurch für den Anfänger wesentlich erleichtert. Der Textteil bringt nach einer Einführung Abschnitte über die Anlage des Atlas, über die Aufnahmebedingungen, über die Tabelle der Eisenlinien und über die Verwendung der Tafeln; diese sind in erster Linie für Spektren zu benutzen, die mit dem Quarzspektrographen Q 24 von Zeiss hergestellt sind — Gössler gehört den Zeiss-Werken als wissenschaftlicher Mitarbeiter an —, können aber auch bei anderen Apparaten verwendet werden. Den Hauptteil des Textes machen drei Tabellen aus, von denen die erste eine Übersicht über die 56 Elemente (mit ihren chemischen Symbolen) gibt, deren Analysenlinien angezeichnet sind. Da für den Nachweis eines Elementes eine Analysenlinie nicht ausreicht, weil diese mit einer starken Linie eines anderen Elementes zusammenfallen oder ihr so nahe liegen kann, daß eine einwandfreie Trennung nicht gelingt, sind für die einzelnen Elemente zwei oder drei Analysenlinien angegeben. Die zweite Tabelle enthält alle auf den Tafeln angezeichneten Analysenlinien nach Elementen geordnet, und zwar für Bogen und Funken getrennt. Bei jeder Linie findet sich ein Hinweis auf die zugehörige Tafel, so daß der Spektralbereich leicht zu finden ist. Die dritte Tabelle enthält die große Zahl der Eisenlinien.

Dem Spektralanalytiker wird der neue Atlas sicher willkommen sein, namentlich wenn er den Quarzspektrographen Q 24 der Firma Zeiss benutzt.

W. Wittenberger, Chemische Laboratoriumstechnik. IX, 261 Seiten mit 290 Abbildungen. Springer-Verlag, Wien 1942. Preis geh. RM. 5.70.

Dieses neue Hilfsbuch für Laboranten, Chemiewerker und Fachschüler soll dazu beitragen, daß der neu eintretende Chemiejungwerker unter Anleitung seines Ausbildungs- oder Berufsschulleiters das für das Arbeiten im Laboratorium erforderliche Verständnis gewinnt. Auf die Unfallgefahren im chemischen Laboratorium und ihre Verhütung wird gleich im einleitenden Abschnitt nachdrücklich und eingehend hingewiesen. Es werden dann beschrieben die Einrichtung des chemischen Laboratoriums, die Hilfsmittel beim Aufbau von Apparaturen, die Aggre-

gatzustände, das Zerkleinern, Mischen, Sieben, Wägen, Abmessen von Flüssigkeiten, Lösen, Filtern, Trocknen, Erhitzen, Kühlen, Eindampfen, Destillieren, Sublimieren, Extrahieren, Krystallisieren und vieles andere mehr. Die große Zahl guter Abbildungen erleichtert das Verständnis des Textes sehr wesentlich. Das nützliche Buch wird sicherlich den angehenden Chemiewerkern, aber auch jungen Chemikern häufig gute Dienste leisten.

H. Remy, Die „Richtsätze für die Benennung anorganischer Verbindungen". Sonderabdruck aus der Zeitschrift „Die Chemie" (Angewandte Chemie, Neue Folge) Band 55 (1942). Verlag Chemie, Berlin 1942. 20 Seiten. Preis geh. RM. —.80.

Über die „Richtsätze" der von der Internationalen Union für Chemie eingesetzten Kommission für die Reform der Nomenklatur der anorganischen Chemie ist bald nach ihrem Bekanntwerden an dieser Stelle[1]) eingehend berichtet worden. Es wird für unsere Leser aber doch von Interesse sein, zu erfahren, daß die noch wesentlich ausführlichere Abhandlung von H. Remy als Sonderabdruck bezogen werden kann. Remy hat bekanntlich als deutsches Mitglied der genannten Kommission an der Aufstellung der Richtsätze maßgebend mitgearbeitet. Ausdrücklich sei bemerkt, daß die Abhandlung den Text der Richtsätze nur zum Teil wörtlich wiedergibt, dazu aber Erläuterungen bringt, die im Hinblick auf inzwischen aufgeworfene Fragen wünschenswert erscheinen.

R. Schwarz, Kohlenstoff und Silicium. Eine vergleichende Betrachtung. 16 Seiten mit 5 Abbildungen. Verlag von Max Niemeyer, Halle a. S. 1942. Preis brosch. RM. 2,20.

In dem 18. Jahrgang der naturwissenschaftlichen Klasse der Schriften der Königsberger Gelehrten-Gesellschaft ist als Heft 5 ein Vortrag von Robert Schwarz erschienen, der in ihm die beiden Elemente Kohlenstoff und Silicium miteinander vergleicht, die als Homologe in ein und derselben Gruppe des periodischen Systems stehen. „Der fundamentalen Rolle, die sie zu spielen haben, scheint es zu entsprechen, daß sie in der Mittelgruppe des natürlichen Elementensystems gleichsam als dessen Rückgrat ihren Platz inne haben."

Diese feinsinnige Studie zu lesen, ist für jeden Chemiker ein Genuß.

R. Fresenius.

Destillation, Extraktion. Einen Fraktionierapparat für normalen und für verminderten Druck beschreibt H. Vigreux[2]). Der erste Apparat (Abb. 42a, S. 429) hat eine Kolonnenlänge von 40 *cm*, hat 11 Stufenscheiben und 11 Kränze zu je 8 Spitzen und oben einen Verteiler B, in dem ein Wasserstrom umlaufen kann je nach der Destillations- und der Rückflußgeschwindigkeit; ein innerer Rohransatz — ein Tropfenzähler D — gestattet, den Wasserumlauf zu sehen und zu regeln, ein Thermometer wird bei H eingesetzt und gibt die Temperatur des aus dem Verteiler abfließenden Wassers an. Der Apparatenteil C ist

[1]) Vgl. diese Ztschrft. **119**, 425 (1940). — [2]) Ann. falsific. **31**, 26 (1938).

mit 2 Kränzen und 2 Stufenscheiben mit 8 Spitzen ausgerüstet und an seinen beiden äußersten Enden in einen Glasmantel eingeschmolzen, um Luftströmung zu vermeiden, wodurch man einen geregelten Gang der Fraktionierung erreicht. An seinem oberen Teil ist ein geschlossenes Rohr eingeschmolzen zur Aufnahme eines Thermometers. Um eine gute Berührung des Aufnahmegefäßes für das Thermometer mit den Glaswänden zu bekommen, gibt man in das Rohr 1 Tropfen Quecksilber. — Zur Destillation unter vermindertem Druck benutzt man das Modell Abb. 42 b, das zusätzlich ein mit Schliff auf den Apparat aufgesetztes Rohr erhält, das zum Wiedereintreten der Luft dient. Der auf den Rundkolben mit Schliff aufgesetzte Apparat G erhält bei F eine Verengung des Stopfens, um das Kondensat in die Mitte des Kolbens zurückzuführen. — Im Original wird dann eine Reihe von Ergebnissen mitgeteilt,

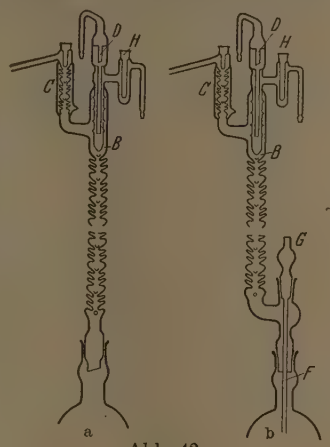


Abb. 42.

aus denen die rasche und vollständige Arbeit des Apparates hervorgeht. Von einer Füllung von 300 *ccm* Wasser mit 0,2 *ccm* Alkohol enthielt die

Fraktion	I	mit	10 *ccm*	0,0176 *ccm*	Alkohol	=	88%	des Eingefüllten
„	II	„	10 „	0,0125 „	„	=	6,25%	des Eingefüllten
„	III	„	10 „	0,0030 „	„	=	1,5 %	„ „
„	IV	„	10 „	0,0018 „	„	=	0,9 %	„ „
„	V	„	10 „	0,0006 „	„	=	0,3 %	„ „
„	VI	„	10 „	unmeßbare Spuren		=	—	— —

Einen Apparat zu Mikrodestillationen (Abb. 43, S. 430) beschreiben S. A. Shrader und J. E. Ritzer[1]). Der Teil a ist ein Kölbchen mit flachem Boden von 4 *ccm* Fassungsraum mit seitlichem Hals und Schliffstopfen b. Auf den oberen Teil ist eine Kolonne c aufgeschmolzen von 6,5 *mm* Durchmesser und etwa 0,75 *mm* Wandstärke und beliebiger Anzahl innerer Vorsprünge. Die Kolonne hat einen gläsernen Außenmantel d von 15 *mm* Durchmesser, der mit einer Quecksilberluftpumpe luftleer gepumpt ist. Der Außenmantel ist mit Aluminiumfolie umwickelt, um die Kolonne noch besser zu isolieren. Oben an der Kolonne ist ein Übergangsrohr e von 5 *mm* Durchmesser angeschmolzen, das abwärts führt und in Schliff f endigt, von wo aus die Verlängerung g als Rohr von 5 *mm* Durchmesser in ein schräg abwärts führendes Röhrchen h von 1 *mm* Durchmesser weiter verlängert ist. Die Aufnahmebecher i für das Destillat bestehen aus dünnwandigen Glasröhren von 4 *mm* Durchmesser, die auf Glasstäbe k von ebenfalls 4 *mm* Durchmesser aufgeschmolzen sind. Diese Glasstäbe mit

[1]) Ind. Eng. Chem. Analytical Edition **11**, 54 (1939).

ihren Röhren sind auf einen 10 *mm* dicken Glasstab l aufgeschmolzen und letzterer bildet einen Teil des Einsatzschliffstücks n. Wenn der Apparat fertig zusammengesetzt und beschickt ist, wird er bei o mittels einer Vakuumpumpe luftleer gemacht. Man heizt dann den Destillierkolben a mittels eines Ölbades, das man mit einem luftbetriebenen kleinen Rührer umrührt. Ein Thermometer in diesem Ölbad ist die einzige Temperaturkontrolle. Eine 1 *mm* dicke Schicht von reinem Seesand oder Siliciumcarbid wird auf den Boden des Kölbchens gebracht und die Flüssigkeit durch den Hals b mit einer Pipette eingeführt, das Kölbchen mit der Vorlage verbunden und evakuiert. Man heizt dann langsam an, bis in der Kolonne ein stetiger Rückfluß zu beobachten ist. Man muß die Temperatur des Ölbades bis zu $\pm 1^0$ C regeln können, so daß man innerhalb 3 Min. höchstens 1—2 Tropfen Destillat erhält. Bei zu starkem Übertreiben strömt die Kolonne über und die Wirksamkeit des Apparates wird beeinträchtigt; ein gleichmäßiger Rückfluß ist wesentlich für beste Ergebnisse. Willkürliche Fraktionen kann man erhalten, wenn man das die

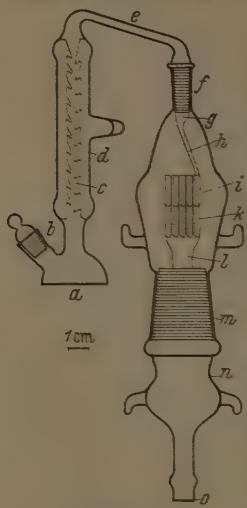


Abb. 43.

Röhrchen enthaltende Auffangegefäß um den Verbindungsschliff f dreht (besser als um m, da dort weniger Widerstand besteht, besonders bei hoher Luftleere). Ist die Destillation beendet, so läßt man bei o Luft eintreten und kann dann den unteren Teil n abnehmen. — Abbildungen der Einzelteile und Schaulinien über ausgeführte Fraktionierungen von Isoamylsalicylat-Caprylsäuregemischen sind im Original einzusehen.

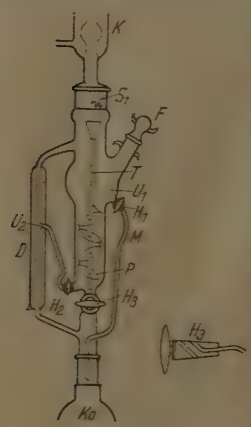


Abb. 44.

Ein Universalapparat für Extraktion und Destillation wird von G. Nottes[1]) vorgeschlagen. In Abb. 44 nimmt der Kolben Ko das Extraktionsmittel auf; er ist mit Normalschliff mit dem Mittelstück M zur Aufnahme des Extraktionsgutes (z. B. auch von Lösungen, Emulsionen usw.) verbunden. Im Falle der Verwendung des Apparates zum Destillieren wird hier das Destillat gesammelt. Auf dem Mittelstück sitzt, ebenfalls mit Normalschliff, der Kühler K, der ein gekröpftes Rücklaufrohr enthält. Soll der Apparat zur Extraktion z. B. einer wäßrigen Lösung mit Äther verwendet werden, so füllt man die

[1]) Chem. Ztg. **62**, 891 (1938).

Lösung durch die mit Normalschliffstopfen verschließbare Öffnung F bei geschlossenen Hähnen H_3 und H_2 ein und bringt dann den im Kolben Ko befindlichen Äther etwa durch eine elektrische Heizplatte zum Sieden. Die Ätherdämpfe steigen durch Rohr D, das durch Asbestschnur oder auch, wie in Abb. 44, S. 430 zu sehen ist, durch einen Vakuumglasmantel[1]) isoliert sein kann, in den Kühler K. Der kondensierte Äther tropft dann durch das gekröpfte Rohr bei S_1, das durch entsprechende Drehung des Kühlers im Schliff genau über dem Trichter T steht, in diesen und tritt, knapp oberhalb des Hahnes H_3 ausfließend, durch die zu extrahierende Flüssigkeit hindurch. Um eine möglichst intensive Berührung zwischen Extraktionsgut und Extraktionsmittel herbeizuführen und um Aufwirbeln und Mitreißen der zu extrahierenden Lösung zu vermeiden, muß der Äther seinen Weg mehrmals ändern, was durch die am Trichter angebrachten Prallplatten P bewirkt wird. Der auf diesem Weg mit Extraktionsgut beladene Äther fließt dann über U_1 bei geöffnetem Hahn 1 wieder in den Kolben zurück. Zur Reinigung kann der ganze Einsatz T herausgenommen werden. — Soll weiter mit einer spezifisch schweren Flüssigkeit, z. B. mit Chloroform, extrahiert werden, so vertauscht man den Kolben Ko gegen einen mit Chloroform beschickten Kolben. Bei geschlossenen Hähnen H_1 und H_3 sowie offenem Hahn H_2 genügt eine Drehung des Kühlers um 180°, daß das kondensierte Chloroform aus S_1 nicht mehr in den Trichter T fällt, sondern auf die zu extrahierende Flüssigkeit auftropft, seinen Weg extrahierend über die Prallplatten P nimmt und über U_2 in den Kolben zurückläuft. Falls die zu extrahierende Flüssigkeit einer weiteren Behandlung unterworfen werden soll, so kann sie über Hahn 3, der als Zweiwegehahn ausgebildet ist, abgenommen werden und man kann durch F nachspülen. Ebenso kann man auf diesem Weg etwa das spezifisch schwerere Extraktionsmittel abnehmen bzw. im Bedarfsfalle in den Kolben Ko ablassen. Weiter kann man den Trichter T herausnehmen und nun den Apparat als gewöhnlichen Soxhletapparat zur Extraktion fester Stoffe benutzen; man kann in ihm nach beendeter Extraktion das Extraktionsmittel durch Abdestillieren wiedergewinnen und den Extrakt frei von Lösungsmittel erhalten, den Apparat als Destillationsapparat benutzen, wobei die Platzersparnis wesentlich ist, und endlich kann man den Apparat zur Wasserbestimmung in wasserhaltigen Produkten oder Pasten mittels einer Schleppflüssigkeit wie z. B. Benzol verwenden. Der Apparat ist zum Musterschutz angemeldet. K. Fresenius.

Eine neue Form eines Heizgerätes gibt H. Kirby[2]) an. Der Nachteil des von A. Verdino[3]) vorgeschlagenen Gerätes ist, daß man nicht feststellen kann, ob die Flüssigkeit siedet und ob das Sieden konstant bleibt. Durch Verwendung des von W. Schöbel[4]) angegebenen, ganz aus Glas bestehenden Gerätes konnten diese Mängel beseitigt werden. Kirby verbessert das nach dem Vorschlag von Schöbel hergestellte Gerät,

[1]) D.R.P. 519371. — [2]) Chemistry and Industry **58**, 117 (1939). — [3]) Vgl. diese Ztschrft. **89**, 67 (1932). — [4]) Siehe H. Lieb, Mikrochemie **14**, 263 (1934); vgl. diese Ztschrft. **107**, 215 (1936).

indem er es elektrisch heizt und anstatt mit Dekalin oder mit Cymol mit Quecksilber als Heizflüssigkeit beschickt. Die einmal eingestellte Temperatur kann mit einer Genauigkeit von $\pm 0{,}25^0$ C konstant gehalten werden. (Abbildung im Original.) Lina Keil.

II. Chemische Analyse anorganischer Stoffe.

Von

R. Fresenius. A. Eichler. Edith Kroupa. R. Reissner.

Literatur. H. Remy, Lehrbuch der anorganischen Chemie. II. Band. Zweite und dritte Auflage. XXII, 836 Seiten mit 97 Abbildungen. Akademische Verlagsgesellschaft Becker & Erler Kom.-Ges., Leipzig 1942. Preis geb. RM. 24,50.

Mit der Herausgabe seines Lehrbuches der anorganischen Chemie hatte Heinrich Remy einen vollen Erfolg. Das brachte die Besprechung an dieser Stelle[1]) deutlich zum Ausdruck. Sie ließ aber auch erkennen, daß der zweite Band gegenüber dem ersten zurücktrat. Von dem ersten Band kamen nacheinander zwei weitere Auflagen[2]) heraus, während eine Neubearbeitung des zweiten Bandes schmerzlich vermißt wurde. Diese ist nunmehr erschienen, was sicher von allen Anorganikern unter den Fachgenossen lebhaft begrüßt wird, die sehnlichst auf eine neue Auflage des zweiten Bandes gewartet haben. Dadurch, daß dieser jetzt gleichzeitig in zweiter und dritter Auflage erscheint, liegt nunmehr die dritte Auflage des ganzen Werkes vor. Rein äußerlich erkennt man die Neubearbeitung und Umgestaltung des zweiten Bandes schon daran, daß sein Umfang auf mehr als das Doppelte angewachsen ist. Einmal haben neue Forschungsergebnisse Berücksichtigung gefunden, zum andern sind auch die zwischen die Beschreibungen der einzelnen Elemente eingefügten Abschnitte, die Überblicke über das allgemeine Verhalten und die gegenseitigen Beziehungen der einzelnen Stoffe geben, sehr erheblich umgearbeitet und erweitert worden. Vor allem aber ist auch eine Reihe von Gebieten der allgemeinen Chemie ausführlich gestaltet worden, weil diese heute im Vordergrund des Interesses stehen. Ferner ist die Zahl der tabellarischen Übersichten ebenso vermehrt worden wie die Zahl der Abbildungen. Die wesentlichste Änderung ist aber wohl darin zu sehen, daß die zusammenfassenden Kapitel allgemeinen Inhalts am Schluß des Bandes gebracht werden, nachdem die eingehende Beschreibung der einzelnen Stoffe abgeschlossen ist. Eine einzige Ausnahme bildet das erste Kapitel „Metalle und intermetallische Phasen", das an den Anfang des Bandes gestellt ist, da seine Kenntnis für ein Verständnis der Legierungen nicht zu entbehren ist. Nachdem in zehn Kapiteln die einzelnen Nebengruppen des periodischen Systems und die Lanthanidengruppe in mustergültiger Weise beschrieben sind, werden in den letzten sieben Kapiteln abgehandelt Geochemie (Verbreitung der Elemente), Radioaktivität, Isotopie und Kernchemie, Kolloidlehre und Grenzflächen-

[1]) Vgl. diese Ztschrft. 88, 282 (1932). — [2]) Vgl. diese Ztschrft. 115, 426 (1938/39).

chemie, Katalyse und Reaktionskinetik, Reaktionen in nichtwäßrigen Lösungen, Reaktionen fester Stoffe, Konstitution und Eigenschaften. Ein interessanter Abschnitt über die Farbe anorganischer Verbindungen, ein Namenverzeichnis und ein sehr ausführliches Sachverzeichnis bilden den Schluß des ausgezeichneten Buches, dem als Anhang I die bekannten Richtsätze für die Benennung anorganischer Verbindungen[1]) und als Anhang II eine Tabelle über die Verteilung der Elektronen auf die einzelnen Energieniveaus im Normalzustand der freien Atome folgen.

Für die neue Auflage des zweiten Bandes des Remyschen Lehrbuches gilt heute noch das, was L. Fresenius beim Erscheinen der ersten Auflage an dieser Stelle[2]) schrieb: „Wenn auch vor kurzem von einem führenden Physikochemiker davor gewarnt wurde, den Chemie Studierenden allzufrüh mit schwierigen theoretischen Fragen zu belasten, so muß vom Standpunkt des Chemikers das Erscheinen dieser Darstellung doch auf das Nachdrücklichste begrüßt werden. Sie bringt dem Chemiker, dem oft Zeit und Voraussetzungen für das Durcharbeiten größerer theoretischer Bücher fehlen, das für ihn Wesentliche, ein lebendiges und faßliches Bild der Grundlagen seiner Wissenschaft, dem er überaus reiche Anregungen und wesentliche Erleichterungen beim Eindringen in die Einzelheiten verdanken wird."

Handbuch der analytischen Chemie. Herausgegeben von R. Fresenius und G. Jander. Dritter Teil. Quantitative Bestimmungs- und Trennungsmethoden.

Band III. Elemente der dritten Gruppe. XI, 852 Seiten mit 37 Abbildungen. Springer-Verlag, Berlin 1942. Preis geb. RM. 117.—.

Von dem Handbuch der analytischen Chemie[3]) liegt nunmehr der umfangreiche Band III vor, der die Elemente der dritten Gruppe des periodischen Systems behandelt. Jedem einzelnen Element ist eine genaue Inhaltsübersicht vorangestellt. Dann folgen, entsprechend der Anlage des Handbuches, die Bestimmungsmethoden, und zwar zunächst die gewichtsanalytischen Verfahren, dann die maßanalytischen und schließlich die optischen Methoden. Anschließend werden die Trennungsmethoden behandelt. Das von E. Wiberg verfaßte Kapitel Bor (81 Seiten) eröffnet den Band. Entgegen der in dem Handbuch sonst üblichen Anordnung sind beim Bor die maßanalytischen Bestimmungsmethoden an den Anfang gestellt worden, da für die Borbestimmung heute fast ausschließlich die Titration als Mannitborsäure in Frage kommt. Die Bedeutung der anschließend behandelten gewichtsanalytischen Verfahren tritt demgegenüber zurück; das gilt auch von den in den folgenden Abschnitten beschriebenen colorimetrischen, spektroskopischen und spektralanalytischen Bestimmungsmethoden. Auf das Kapitel Bor folgt das große, heute besonders wichtige Aluminium-Kapitel (451 Seiten), das von Hellmut Fischer, A. v. Unruh und F. Kurz bearbeitet worden ist. Es ist unmöglich, aus der Inhaltsübersicht auch nur die verschiedenen

[1]) Vgl. diese Ztschrft. **119**, 425 (1940); **125**, 428 (1943). — [2]) Vgl. diese Ztschrft. **88**, 283 (1932). — [3]) Vgl. diese Ztschrft. **120**, 257 (1940).

Hauptabschnitte hier anzuführen. Es sei nur darauf hingewiesen, daß die Trennungsmethoden ebenso eingehend berücksichtigt sind wie die verschiedenen Bestimmungsmethoden. Ein besonderer Abschnitt behandelt technische Sonderverfahren. Die anschließenden Kapitel Gallium (46 Seiten), Indium (24 Seiten), Thallium (48 Seiten) hat G. Rienäcker verfaßt, der beim Gallium und Indium auch auf die Anreicherung dieser Elemente bei der Analyse von an Gallium bzw. Indium sehr armen Proben eingeht. Ein kurzer, aber wichtiger Anhang (4½ Seiten) „Spezielle Methoden zur Bestimmung des Thalliums in Handelspräparaten und in biologischem Material" hat K. Lang zum Verfasser, während das umfangreiche Kapitel Scandium, Yttrium und die Elemente der seltenen Erden (Lanthan bis Cassiopeium) aus der Feder von A. Brukl stammt, der zunächst einen Überblick über die Elemente der seltenen Erden gibt und darauf hinweist, daß in diesem Handbuch erstmalig der Versuch unternommen worden ist, das im Schrifttum weit zerstreute Material über die analytische Chemie der Elemente der seltenen Erden kritisch zu sammeln. Die Eigenart dieser Elemente bedingt eine von den übrigen Teilen des Handbuches etwas abweichende Einteilung. Der erste große Abschnitt bringt diejenigen Untersuchungsmethoden, die allen Elementen der seltenen Erden gemeinsam sind, während der zweite große Abschnitt die Elemente der seltenen Erden einzeln behandelt. Der Abschnitt Röntgenspektralanalyse (21 Seiten) in diesem großen Kapitel (171 Seiten) ist von A. Faessler bearbeitet worden. Den Schluß des Bandes bildet das Kapitel Aktinium und Mesothor 2 (26 Seiten), in dem O. Erbacher, der Eigenart dieser Elemente Rechnung tragend, sowohl beim Aktinium als auch beim Mesothor 2 zunächst die Nachweismethoden abgehandelt hat, dann die Bestimmungsmethoden und schließlich die Trennungsverfahren.

Von einer kritischen Würdigung dieses inhaltreichen Bandes muß der Referent als Mitherausgeber absehen. Er muß sich damit begnügen, das Erscheinen anzuzeigen, darf aber doch wohl seiner Freude darüber Ausdruck geben, daß das Handbuch der analytischen Chemie trotz des Krieges weiter erscheinen kann.

Heinrich Biltz und Wilhelm Biltz, Ausführung quantitativer Analysen. Vierte Auflage. XIX, 434 Seiten mit 49 Abbildungen. Verlag von S. Hirzel, Leipzig 1942. Preis geb. RM. 19.—.

Obwohl seit dem Erscheinen der dritten Auflage dieses vortrefflichen Buches[1]) kaum zwei Jahre verflossen sind, liegt jetzt schon die vierte Auflage vor, und diese ist wieder sehr sorgfältig durchgearbeitet. Sie weist mannigfache Änderungen und Ergänzungen auf, die aber das Wesen des Buches nicht berühren. Mit voller Absicht sind jedoch die Richtsätze für die Benennung anorganischer Verbindungen[2]) nicht befolgt worden, da die Verfasser den Standpunkt vertreten, der Studierende müsse, um sich in der Literatur und im Betrieb zurechtfinden zu können, unbedingt auch die ältere Ausdrucksweise kennen; sie halten es deshalb für zweckmäßig, daß

[1]) Vgl. diese Ztschrft. **121**, 218 (1941); vgl. auch diese Ztschrft. **82**, 87 (1930); **112**, 274 (1938). — [2]) Vgl. diese Ztschrft. **119**, 425 (1940).

sich zunächst nicht alle akademischen Lehrbücher einseitig auf die neue Nomenklatur festlegen.

Das Buch der Brüder Heinrich und Wilhelm Biltz ist zu bekannt und beliebt, als daß es einer Empfehlung bedarf; es genügt der Hinweis, daß wieder eine neue Auflage vorliegt.

W. Klemm, Anorganische Chemie. Vierte, verbesserte Auflage. 184 Seiten mit 18 Abbildungen. Verlag von Walter de Gruyter & Co., Berlin 1942. Preis geb. RM. 1.62.

Von den bekannten Bändchen der Sammlung Göschen erfreut sich Klemms „Anorganische Chemie" besonderer Beliebtheit, wie die rasche Folge der Auflagen beweist[1]). Eine Fülle von Tatsachen wird in besonders klarer und übersichtlicher Weise gebracht, so daß der Leser einen guten Überblick über die anorganische Chemie erhält. R. Fresenius.

Über die Fehlerquellen bei der maßanalytischen Eisenbestimmung nach Kessler-Reinhardt, insbesondere über die alte Frage des Einflusses der Titerstellung der Kaliumpermanganatlösung und der Bedeutung etwa vorhandenen Kupfers hat H. Blumenthal[2]) bemerkenswerte Untersuchungen angestellt. Den Anlaß zu diesen Arbeiten gab die Tatsache, daß zwar nach den Feststellungen des Chemikerausschusses des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute[3]) der Titer der Maßflüssigkeit unter den gleichen Bedingungen einzustellen ist, unter denen die Titration erfolgt, daß aber andere Autoren[4]) unter Einsetzung des theoretischen Titers der Maßflüssigkeit ebenfalls zu richtigen Resultaten gelangten. Auch über den Einfluß des Kupfers in der Analysenlösung bei der Titration gingen die Meinungen der Fachleute zum Teil stark auseinander, weshalb der Verfasser auch diese Frage in den Bereich seiner Untersuchungen eingeschlossen hat.

1. Titerstellung der Kaliumpermanganatlösung. Bekanntlich wird die Titration von Eisen mit Kaliumpermanganat in salzsaurer Lösung dadurch ermöglicht, daß man der Lösung nach F. Kessler[5]) MnganII-salze zusetzt, welche die Reaktion zwischen Kaliumpermanganat und Salzsäure stark verzögern. Wie Versuche von A. Skrabal[6]) erwiesen haben, läßt sich aber diese Reaktion auch durch den Zusatz von MnganII-salz nicht völlig unterbinden; außerdem erhöht darüber hinaus ein Zusatz von nebenher aus ZinnII-chlorid und QuecksilberII-chlorid entstandenem QuecksilberI-chlorid den Mehrverbrauch an Permanganat. Der Verfasser untersuchte nun, ob durch Herabsetzung der Salzsäuremenge der beobachtete Fehler herabgesetzt oder ganz vermieden werden kann.

[1]) Vgl. diese Ztschrft. **101**, 118 (1935); **114**, 436 (1938). — [2]) Wissenschaftl. Abhandlungen d. Deutschen Materialprüfungsanstalten, I. Folge, Heft 3, S. 75 (1939). — [3]) H. Kinder, Stahl u. Eisen **28**, 508 (1908); **30**, 411 (1910); vgl. diese Ztschrft. **48**, 116 (1909); **58**, 219 (1919). — [4]) P. Lehnkering, Ztschrft. f. öffentl. Chem. **4**, 459 (1898); vgl. diese Ztschrft. **39**, 325 (1900); A. Müller, Stahl u. Eisen **26**, 1477 (1906); vgl. diese Ztschrft. **47**, 249 (1908); H. Low, Technical Methods of Ore Analysis, S. 108 (1922). — [5]) Poggendorffs Ann. **95**, 223 (1855); **118**, 41 (1863); **119**, 225 (1863); diese Ztschrft. **21**, 381 (1882). — [6]) Diese Ztschrft. **42**, 359, 391 (1903).

Als erstes Ergebnis wurde zunächst gefunden, daß bei Abwesenheit von QuecksilberI-salz in einem Volumen von 500 *ccm* 20 *ccm* Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1.12 (entsprechend etwa 12 *ccm* Säure vom spezifischen Gewicht 1.19) zugegen sein dürfen, ohne daß ein Mehrverbrauch an Kaliumpermanganat gegenüber der Titration in schwefelsaurer Lösung eintritt.

Es gelingt also, durch Herabsetzung der Salzsäuremenge eine Schwelle zu erreichen, unterhalb derer die Säure nicht mehr störend wirkt.

Die Menge an Mangansulfat-Phosphorsäure-Mischung der üblichen Zusammensetzung, die bei diesen Versuchen zugesetzt wurde, betrug 50 *ccm*. Ihre Erhöhung auf 100 *ccm* war ohne Einfluß.

Bei Gegenwart von 50 *ccm* Salzsäure (D 1,12) betrug der Mehrverbrauch an Permanganat 0,15 *ccm*.

Wenn in der gleichen Flüssigkeitsmenge neben der Salzsäure auch noch salzsaure ZinnII-chlorid-QuecksilberII-chlorid-Mischung vorhanden war, so trat schon bei Gegenwart von 20 *ccm* Salzsäure (D 1.12) ein Mehrverbrauch von 0.15 *ccm* Permanganatlösung ein, der sich bei einer Salzsäuremenge von 50 *ccm* auf 1,15 *ccm* steigerte.

Schon bei 40 *ccm* Salzsäure war der Endpunkt der Titration unscharf; bei 50 *ccm* konnte der QuecksilberI-chlorid-Niederschlag vollständig zum Verschwinden gebracht werden. Durch Erhöhung des Flüssigkeitsvolumens auf 750 *ccm* war der Mehrverbrauch an Kaliumpermanganat geringer als in 500 *ccm*, setzte jedoch ebenfalls schon bei 20 *ccm* Salzsäure ein, um sich zu der gleichen Erscheinung des unscharfen Endpunktes und des Verschwindens des QuecksilberI-chlorid-Niederschlages zu steigern. Als Ergebnis seiner Untersuchungen führt der Verfasser also folgendes an: Die Salzsäuremenge, die bei der Titration nach Kessler-Reinhardt zugegen sein kann, darf 10 *ccm* der Säure vom spezifischen Gewicht 1.12 [entsprechend etwa 7.1 *ccm* Salzsäure (D 1.19)] nicht überschreiten, sofern in einem Volumen von 500 *ccm* titriert wird. Natürlich ist, wie der Verfasser durch weitere Versuche festgestellt hat, auch die von H. Kinder[1]) beobachtete Differenz zwischen dem mit Natriumoxalat nach Sørensen oder mit reinem Eisen in schwefelsaurer Lösung einerseits und nach Kessler-Reinhardt gegen Eisenoxyd nach L. Brandt andererseits festgestellten Titer auf die gleiche Fehlerquelle einer zu hohen Salzsäuremenge zurückzuführen. Nach des Verfassers Ansicht bringt die Vorschrift, in einem möglichst großen Volumen, nämlich 1,5 *l* zu titrieren, nur den Nachteil der schwereren Erkennbarkeit des Endpunktes der Titration, ohne daß der Einfluß einer zu großen Menge an Salzsäure dadurch beseitigt wird.

Übrigens deckt sich die durch Salzsäure verursachte Menge des Mehrverbrauchs an Kaliumpermanganat, wie sie der Verfasser angibt, mit den vor längerer Zeit von R. Fresenius[2]) mitgeteilten Werten. R. Fresenius hatte aus zeitbedingten Ersparnisrücksichten untersucht, ob die

[1]) Chem. Ztg. **30**, 631 (1906); **31**, 69 (1907); vgl. diese Ztschrft. **46**, 788, 792 (1907). — [2]) Diese Ztschrft. **58**, 198 (1919).

zum Aufschluß von 5 *g* Erz von der Fachgruppe für analytische Chemie des Vereins Deutscher Chemiker[1]) festgelegte Menge von 100 *ccm* Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1,19 nicht auf 50 *ccm* vermindert werden könne. Um die für die Titration von 1 *g* Erz (= $^1/_5$ davon) vorgeschriebene Salzsäurekonzentration in 2 *l* Flüssigkeit aber trotzdem zu erreichen, wurden zu dieser noch 10 *ccm* der Säure zugegeben, so daß wieder insgesamt 20 *ccm* davon zugegen waren, wenn man die durch das Eindampfen und Kochen bedingten Verluste vernachlässigt. Dabei stellte R. Fresenius einen durchschnittlichen Minderverbrauch von 0,17 *ccm* Permanganatlösung fest, wenn dieser nachträgliche Zusatz von 10 *ccm* Salzsäure (D 1,19) unterblieb. Einer Menge von 10 *ccm* Salzsäure der Dichte 1,19 entsprechen etwa 17 *ccm* der von H. Blumenthal bei seinen Versuchen verwendeten Salzsäure der Dichte 1,12. Für 20 *ccm* Mehrzusatz dieser Säure, also 30 statt 10 *ccm*, findet er einen Mehrverbrauch von 0,15 *ccm* der Kaliumpermanganatlösung, somit nahezu volle Übereinstimmung mit dem von R. Fresenius beobachteten Wert.

2. Auch der Einfluß, den die Anwesenheit von Kupfer auf die Eisentitration nach Kessler-Reinhardt ausübt, ist wiederholt Gegenstand eingehender Untersuchungen gewesen. Während z. B. die Chemikerkommission des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute die Abscheidung des Kupfers nicht für erforderlich hält[2]) und die Fachgruppe für analytische Chemie des Vereins Deutscher Chemiker zu dieser Frage sich nicht entscheiden konnte[3]), ergaben Versuche von L. Brandt[4]), K. Schröder[5]), A. Müller[6]), daß Kupfer Veranlassung gibt zu einem Minderverbrauch an Permanganat.

Wie R. Fresenius[7]) festgestellt hatte, ist ein Kupfergehalt von bis zu etwa 0,4% ohne Einfluß; dagegen kann die zu dessen Beseitigung vorgenommene Schwefelwasserstoff-Fällung zu einem erheblichen Mehrverbrauch an Permanganat bis zu 0,50 *ccm* führen, wenn die Lösung vor der Reduktion mit ZinnII-chlorid nicht erst mit konz. Permanganatlösung oxydiert wird.

H. Blumenthal kommt nun bei seinen Versuchen zu folgenden Ergebnissen:

Kupferzusatz %	Minderverbrauch an Permanganat *ccm*
0	—
1	0,05
2	0,20—0,25
3	0,25
4	0,35—0,40

[1]) Vgl. diese Ztschrft. **53**, 444 (1914). — [2]) H. Kinder, Stahl u. Eisen **28**, 508 (1908); vgl. diese Ztschrft. **48**, 116 (1909). — [3]) Ztschrft. f. angew. Chem. **24**, 1118 (1911). — [4]) Chem. Ztg. **32**, 830 (1908); vgl. diese Ztschrft. **48**, 703 (1909); ferner diese Ztschrft. **53**, 1 (1914). — [5]) Ztschrft. f. öffentl. Chem. **14**, 477 (1908); vgl. diese Ztschrft. **48**, 705 (1909). — [6]) Stahl u. Eisen **26**, 1477 (1906); vgl. diese Ztschrft. **47**, 249 (1908). — [7]) Diese Ztschrft. **53**, 595 (1914).

Hieraus ergibt sich also ebenfalls, daß ein geringer Kupfergehalt von bis zu 1% vernachlässigt werden kann, während höhere Gehalte zu einem erheblichen Minderverbrauch an Permanganat führen. Daß diese Erscheinung auf die sauerstoffübertragende Wirkung des entstehenden KupferI-chlorids zurückzuführen ist, haben schon L. Brandt[1]) und K. Schröder[1]) festgestellt. A. Eichler.

Mikroanalyse der Alkalimetalle. Die mikroskopische Bestimmung von Kalium wird von H. A. Frediani[2]) beschrieben, der hierzu die Krystallbildung mit Naphtholgelb-S (2,4-Dinitro-1-naphthol-7-sulfosäure) verwertet. Kalium gibt mit der Reagenslösung charakteristische nadelartig-faserige Krystalle, die vorherrschend in Bündeln auftreten. Ammonium zeigt, ebenso wie Caesium, Lithium, Magnesium und Natrium, unter den gleichen Bedingungen keine Fällung, so daß eine Nachweismöglichkeit für Kalium neben Ammonium gegeben ist. Dies bedingt offensichtlich eine Überlegenheit über andere, erst nach Entfernen dieses Ions mögliche Nachweisverfahren, wie etwa die Proben mit Platinchlorwasserstoffsäure, Perchlorsäure, Wismutsulfat und Tartrat. Der Verfasser verwendet als Reagens die bei 20^0 gesättigte wäßrige Lösung eines 3mal aus Wasser umkrystallisierten Präparates (Schmelzpunkt 148 bis $149{,}5^0$) und verzichtet somit auf die mit konzentrierteren (also warmen) Lösungen etwa erreichbare höhere Empfindlichkeit. Der Nachweis gestaltet sich so, daß man 1 Tropfen der Probelösung mittels einer Platinöse auf einen Objektträger bringt, einen ähnlichen Tropfen (etwa 0,04 *ccm*) Reagens daneben setzt und mit einer geschärften Platindrahtsonde mischt. Bei Prüfung der störenden Einflüsse anderer Ionen wurde dem Tropfen der Kaliumlösung je 1 Tropfen der betreffenden, 40 *mg/ccm* an Kation enthaltenden Metallsalzlösung (Natriumchlorid, Lithiumbromid, Ammoniumchlorid, Caesiumchlorid, Rubidiumchlorid, Silbernitrat, Bleinitrat, Magnesiumacetat, Kupfernitrat) zugesetzt und dann erst das Reagens hinzugefügt. Die oben beschriebenen Kaliumkrystalle unterscheiden sich deutlich von den bei langsamer Verdunstung der Reagenslösung erscheinenden Fäserchen. Bei Anwesenheit von 7,5 *mg* Kalium-Ion je Kubikzentimeter tritt sofort nach Zugabe der Reagenslösung positive Reaktion ein, und es entfällt somit bei dieser Konzentration die Gefahr einer Täuschung durch die auskrystallisierende freie Säure. Unter Verwendung der Capillarpipettenmethode nach A. Benedetti-Pichler und W. F. Spikes[3]) und einer 0,5%igen Reagenslösung ergibt sich bei 3 Min. langer Wartezeit eine Erfassungsgrenze von 1,9 γ bei einem Grenzverhältnis von Ammonium zu Kalium wie 200 zu 1. Rubidium zeigt faserige, vornehmlich in sehr großen Bündeln auftretende Krystallnadeln, die infolge gewisser Ähnlichkeiten nicht scharf unterschieden werden können. Außerdem erzeugen Silber, Blei und Kupfer typische krystalline Fällungen, die sich rasch ausbilden und von dem Kaliumniederschlag sehr verschieden sind, aber trotzdem den Kaliumnachweis verschleiern können.

[1]) a. a. O. — [2]) Ind. Eng. Chem. Analytical Edition **10**, 447 (1938). — [3]) Introduction to the microtechnique of inorganic qualitative analysis, S. 58—60 (1935).

Wie zu erwarten war, wird die Fällung des Kaliums durch starke Säuren verhindert, wozu 1 Tropfen 6 n-Salzsäure, -Salpetersäure oder -Schwefelsäure in 1 *ccm* der Lösung (20 *mg* Kalium enthaltend) genügt, und saure Lösungen müssen daher vor der Prüfung mit kaliumfreier Natronlauge neutralisiert werden. Dagegen zeigt sogar 1 *ccm* konz. Essigsäure keinen Einfluß auf Fällbarkeit und Fällungsgeschwindigkeit. Der Verfasser plant eine Untersuchung bezüglich des günstigsten p_H-Bereiches und erwähnt die Möglichkeit einer Unterscheidung von Rubidium und Caesium.

Mit der Bestimmung von Natrium befaßt sich eine Veröffentlichung von R. Lindner und P. L. Kirk[1]), die als 10. Teilarbeit in der Serie über „quantitative Analysen im Tropfenmaßstab" (Drop analysis) erschienen ist. Hierin wird unter Modifikation der maßanalytischen Methode von B. Holmes und P. L. Kirk[2]), die eine Abscheidung des Natriums als Natriumzinkuranylacetat nach H. H. Barber und I. M. Kolthoff[3]) mit nachfolgender Reduktion des Urans zur 4wertigen Stufe und dessen Titration mit CerIV-sulfatlösung vorsieht, ein Verfahren in der schon früher bekanntgegebenen Arbeitstechnik[4]) beschrieben, das die Erfassung von etwa 0,1—4 γ Natrium ermöglicht. Bei Aufarbeitung von 0,5 γ oder mehr Natrium enthaltenden Proben wurde die im Milligramm-Maßstab übliche Genauigkeit von wenigen Zehntelprozenten im allgemeinen erreicht. Bezüglich der erforderlichen Reagenzien ist in erster Linie vor einer Verunreinigung mit Natrium zu warnen, weshalb durchweg doppelt destilliertes Wasser angewendet werden muß. Die Zinkuranylacetatlösung wird durch Mischen einer mit Wasser auf 65 *g* ergänzten Lösung von 10 *g* Uranylacetat (2 aq) und 6 *g* 30%iger Essigsäure mit 65 *g* einer wäßrigen Lösung, die 30 *g* Zinkacetat (3 aq) und 3 *g* 30%ige Essigsäure enthält, hergestellt. Nach 24stündigem Stehen wird durch ein Sinterglasfilter mit Asbestauflage oder ein Jenaer Bakterienfilter G5/3 filtriert und bei Auftreten einer sichtbaren Trübung die Filtration jeweils wiederholt. Als Waschflüssigkeit dient eine wie oben filtrierte und absolut klare gesättigte Lösung von Natriumzinkuranylacetat in 95%igem Alkohol. Ferner ist gewaschener und geglühter Asbest erforderlich, der fein zerrieben, anschließend mehrfach mit schwefelsaurer CerIV-sulfatlösung gekocht und dann sorgfältig mit Wasser gewaschen wurde. Man bewahrt ihn in einem Glasgefäß auf und verwendet ihn als Auflage auf Sinterglasfilter. Das für den fast unbegrenzt brauchbaren Reduktor erforderliche Cadmium wird als dünner Span von einem Metallstück abgedreht und die so erhaltene Spirale zu einer flachen Scheibe mit etwa 2 *qcm* Gesamtoberfläche zusammengerollt, wobei ein aufwärts gebogenes Ende als Griff dient.

Zur Ausführung der Bestimmung wird die phosphat- und proteinfreie Lösung, die nur wenig Kalium und organische Säuren enthalten darf,

---

[1]) Mikrochemie **23**, 269 (1937/38). — [2]) Journ. of Biol. Chem. **116**, 377 (1936). — [3]) Journ. Americ. Chem. Soc. **50**, 1625 (1928); vgl. diese Ztschrft. **76**, 470 (1929). — [4]) P. L. Kirk, vgl. diese Ztschrft. **99**, 311 (1934); **118**, 461 (1939/40). P. L. Kirk und G. T. Bentley, Mikrochemie **21**, 250 (1936); vgl. diese Ztschrft. **117**, 211 (1939).

mittels einer Capillarpipette unter Nachspülen mit Wasser in ein Titrierschälchen aus Porzellan gebracht, das mit Chromschwefelsäure und Wasser gut gereinigt worden war (man hält das Schälchen jeweils, auch bei Fällung und Filtration mit einer Glasgabel). Die Probe wird nun auf einer Mikro-Heizplatte bei eingeschaltetem Rührer fast zur Trockne verdampft und noch warm mit 1 *ccm* der Zinkuranylacetatlösung versetzt. Man erwärmt unter Rühren etwa 5 Min., entfernt das Schälchen und läßt es unter einer Krystallisierschale 12—24 Stdn. stehen. Sofern das Reagens auskrystallisiert, wird neben das Schälchen unter die Schutzglocke ein Behälter mit etwas Wasser gebracht. Man saugt dann die Flüssigkeit mittels eines asbestbeschickten Glasfilterstäbchens ab und wäscht Schälchen und Niederschlag sorgfältig mit der alkoholischen Waschflüssigkeit. Der Asbest wird nun mit 1 Tropfen 5%iger Schwefelsäure (5 *g* neuerlich destillierter Schwefelsäure, in 100 *ccm* Wasser gelöst) unter gleichzeitigem Spülen des Filterendes in die Schale gebracht, worauf man mit etwas Wasser nachwäscht. Zur Reduktion des Urans setzt man das Schälchen auf die Heizplatte, legt die Cadmiumspirale ein und erwärmt 5 Min. unter Rühren. Anschließend wird der Reduktor gut abgespült und entfernt und die Lösung nach 5 Min. dauerndem Abkühlen mit etwa 0,01 n-CerIV-sulfatlösung, die man auf Natriumoxalat oder KaliumeisenII-cyanid eingestellt hat, titriert. Als Indikator dient bei gleich deutlichem und reproduzierbarem Umschlag 0,0025 m-Phenanthrolin-EisenII-sulfat oder eine 0,1%ige wäßrige Lösung von Setopalin-C. Es kann auch nach Zugabe eines Überschusses an CerIV-sulfat mit EisenII-ammoniumsulfat zurücktitriert werden. Auf jeden Fall wird der Blindwert des ganzen Arbeitsganges bestimmt und in Rechnung gesetzt.

Zur Aufarbeitung biologischen Materials wird die Probe mit einer Capillarpipette in ein Platintiegelchen gebracht, in einem Mikro-Muffelofen einige Stunden auf etwa 450° gehalten und die rein weiße Asche nach dem Erkalten in etwa 50 *cmm* 0,1 n-Salzsäure gelöst. Die Lösung und danach die Waschwässer werden in einen kleinen Zentrifugenkonus von etwa 0,2 *ccm* Fassungsraum übergeführt und zwecks Ausfällung der Phosphorsäure mit wenig festem Calciumhydroxyd versetzt und durchgemischt. Nach 2—4 Stdn. gibt man 1 Tropfen Wasser zu und zentrifugiert wenigstens 5 Min. mit etwa 5000 Umdr. je Minute. Die überstehende Lösung wird dann, ebenso wie nachher das zum Waschen des Niederschlages erforderliche Wasser, mit Hilfe einer Capillarpipette in ein Titrierschälchen gebracht, fast zur Trockne verdampft und wie beschrieben weiter untersucht.

Die Verfasser geben ferner eine genaue Begründung der von dem Verfahren nach B. Holmes und P. L. Kirk[1]) abweichenden Einzelheiten und belegen die betreffenden Schlußfolgerungen mit Reihenversuchen. So wird eine bei Reduktion mit Cadmiumamalgam auftretende Bildung von Wasserstoffsuperoxyd und die extreme Langsamkeit der Reduktion behandelt, eine vergleichende Untersuchung verschiedener Metalle bzw.

[1]) a. a. O.

Amalgame bezüglich ihrer Eignung zur Reduktion durchgeführt und der Einfluß der Temperatur hierbei festgelegt (die Gefahr einer Reduktion zu dreiwertigem Uran liegt wegen der vorgeschriebenen Bewegung der Flüssigkeit nicht vor). Auch der große Reagensüberschuß und die längere Wartezeit anläßlich der Fällung werden erörtert. Der ganze Arbeitsgang wird durch zahlreiche Belege gestützt, die die eingangs erwähnte Genauigkeit zeigen, wozu eine reine Natriumchloridlösung sowohl allein als auch nach Phosphatzusatz (jeweils 5 γ Phosphor als KH_2PO_4) sowie als biologisches Material Blutplasma in einer Verdünnung 1:100 mit und ohne weiteren Natriumzusatz analysiert wurde. Abschließend wird betont, daß bei Ausschluß von Natriumspuren (von den Fingern, aus den Glasgeräten oder anderen Quellen stammend) die Methodik auch für die hier besonders kleinen Mengen befriedigt.

Der mikroskopische Nachweis von Rubidium in Gegenwart von Caesium wurde dann auch von H. A. Frediani und L. Gamble[1]) untersucht, wobei sich das Naphtholgelb-S tatsächlich verwenden ließ. Als Reagens diente eine 0,5%ige wäßrige Lösung des dreimal aus Wasser umkrystallisierten Präparats mit einem Schmelzpunkt von 148—149,5°.

Die Empfindlichkeit der Reaktion wurde mit Nitratlösungen eines Gehaltes von 0,05—40 *mg* Rubidium je Kubikzentimeter geprüft, indem man je 1 Tropfen (0,04 *ccm*) an Lösung und Reagens anwendete, und zu 3,0 *mg/ccm* festgestellt. Bei dieser Konzentration erscheinen unmittelbar nach dem Mischen zarte gelbe Nadeln. Mit polarisiertem Licht wurde für diese ein Extinktionswinkel von 76,4° festgestellt, während Natriumsalzkrystalle, die sich übrigens nur beim Eindampfen zur Trockne bilden, parallele Extinktion zeigen. Ebenso wie der Nachweis von Kalium wird auch die Rubidiumfällung durch freie starke Säuren unmöglich gemacht (1 Tropfen 6n-Salzsäure, -Salpetersäure oder -Schwefelsäure, zu 2 *ccm* einer 20 *mg/ccm* enthaltenden Rubidiumlösung gebracht, verhindert die Fällung), welche Schwierigkeit aber durch Neutralisation mit kalium- oder rubidiumfreier Natronlauge umgangen werden kann. Durch Essigsäure und Ameisensäure wird der Nachweis nicht gestört. So zeigt 1 *ccm* konz. Essigsäure in 2 *ccm* Probelösung keine nachteilige Wirkung, und es kann als Reagens auch eine 0,5%ige Lösung von Naphtholgelb-S in reiner Ameisensäure benutzt werden, wobei die Rubidiumkrystalle ebenso rasch erscheinen wie bei Verwendung einer wäßrigen Lösung, aber rötlich sind und sichtlich wachsen.

Zur Untersuchung des störenden Einflusses anderer Ionen wurden Chlorid- bzw. Nitrat- oder Acetatlösungen von Natrium, Lithium, Ammonium, Caesium, Magnesium, ThalliumI, Silber, Blei, Wismut, KupferII, QuecksilberII, ZinnIV, Zirkon, EisenIII und Kobalt mit einer Konzentration von je 40 *mg/ccm* an dem betreffenden Metall-Ion bereitet, wozu man aus frisch redestilliertem Wasser umkrystallisierte und spektroskopisch auf Reinheit geprüfte Substanzen verwendete. Es stören davon lediglich QuecksilberII, ThalliumI und ZinnIV sowie Silber, Blei und

[1]) Mikrochemie **26**, 25 (1939).

Kupfer, da diese Ionen durch Bildung unlöslicher Niederschläge den Rubidiumnachweis verschleiern. Im allgemeinen werden sie aber vor der Prüfung auf Alkalien abgetrennt. Als Erfassungsgrenze wurde 6,8 γ bei einem Grenzverhältnis Cs:Rb = 230:1 festgestellt.

Die Veröffentlichung enthält eingangs Hinweise auf andere gangbare Abtrennungs- und Nachweismethoden für Caesium und am Ende wird die Ausarbeitung einer quantitativen Trennung des Kaliums und Rubidiums von den anderen Alkalien sowie eine genaue Festlegung des zulässigen p_H-Bereiches in Aussicht gestellt.

Eine andere Arbeit über mikrochemische Reaktionen auf Caesium und Rubidium liegt von I. M. Korenman und G. I. Jagnjatinskaja[1]) vor, die eine Nachprüfung verschiedener Verfahren bezüglich Anwendbarkeit und Empfindlichkeit darstellt. Bei einer Arbeitsweise nach J. U. Kubli wird 1 Tropfen der Probe zur Trockne verdampft und mit einem Gemisch aus gesättigter KaliumeisenIII-cyanidlösung und Bleiacetatlösung versetzt. Die Anwesenheit von Caesium bedingt die Bildung eines gelben Niederschlages von $Cs_3Fe(CN)_6 . Pb(CH_3COO)_2$. Die Reaktion gestattet den Nachweis von bis zu 0,6 γ Caesium in einer Konzentration von 1:5000, ohne daß eine Abtrennung der übrigen Alkalimetalle nötig ist, wird aber durch viel Sulfat und Chlorid beeinträchtigt. Ein Nachweis von N. A. Tananajew[2]) besteht darin, daß man zu 1 Tropfen der zu prüfenden Lösung ein Körnchen Kalium-Wismutjodid bringt. Bei Vorhandensein von Caesium zeigt sich ein orangeroter Niederschlag, wobei als Erfassungsgrenze 0,06 γ bei einer Verdünnung von 1:50000 angegeben wird. Für die analoge Reaktion mit Rubidium, das ebenfalls eine Fällung ergibt, gilt als Erfassungsgrenze 3 γ in einer Verdünnung von 1:1000. Bei Ersatz des Kalium-Wismutjodids durch Natriumjodid und eine 2,5%ige Lösung von Antimontrioxyd in Salzsäure kann die Empfindlichkeit der Reaktion gegenüber Caesium gesteigert werden, so daß noch 0,03 γ Caesium in einer Verdünnung von 1:100000 nachweisbar werden. Wird der zu untersuchende Tropfen mit einem Gemisch aus gleichen Raumteilen 10%iger GoldIII-chlorid- und PalladiumII-chloridlösung versetzt, so ergibt sich ein zimtfarbiger Niederschlag von $Cs_2AuPdCl_7$. Zum Nachweis von Caesium oder Rubidium neben Kalium wird 1 Tropfen der Probe mit Schwefelsäure zur Trockne abgeraucht und der Rückstand mit 1 Tropfen Wismutsulfatlösung versetzt, worauf die Alkali-Wismut-Doppelsalze ausfallen. Nach Absaugen der Flüssigkeit mit Hilfe eines Stückchens Filtrierpapier gibt man 1 Tropfen 2—4 n-Schwefelsäure zu und beobachtet während einiger Minuten. Geht der Niederschlag in dieser Zeit nicht in Lösung, so ist Caesium oder Rubidium vorhanden. 3 γ Caesium oder Rubidium sind so neben 90 γ Kalium noch nachweisbar.

Die Bestimmung von freiem und als Salz vorliegendem Ammoniak unter Verwendung einer Halbmikromethode ist Gegenstand einer Arbeit von E. B. Lisle[3]). Das Verfahren ist eine Anwendung der

[1]) Chem. Journ. Ser. B. Journ. angew. Chem. (russ.) **10**, 1496 (1937); durch Chem. Zentrbl. **109**, I, 1168 (1938). — [2]) Diese Ztschrft. **88**, 343, 344 (1932). — [3]) Journ. Soc. Chem. Ind. **57**, 464 T (1938).

Feiglschen Mikromethode zum Nachweis von Ammoniak[1]) und gestattet bei einer Analysendauer von wenig mehr als 15 Min. in Wasserproben die Erfassung von Mengen bis 0,00025 *mg* (auch für organische Bindung wurde eine Arbeitsweise ausgearbeitet). Das Ergebnis wird in Teilen Ammoniak je 100000 Teilen Probe angegeben. Der Apparat besteht aus einem konischen, 150 *ccm* fassenden Kolben, der in seinen Schliffstopfen eingeschmolzen, ein 8 *mm* weites und 14 *cm* langes Rohr aufweist, dessen unteres abgeschrägtes Ende 1½ *cm* in den Kolben hineinragt. Oben endigt es in einer starken plangeschliffenen Scheibe, auf die eine ungefähr gleich große Scheibe paßt, die ihrerseits ein abwärts gebogenes Ableitungsrohr trägt. Zwischen die Scheiben wird unter Fixierung mit einer Stahlklammer ein Stück Reagenspapier eingelegt, das man wie folgt vorbereitet: Zu einer filtrierten Lösung von 2,87 *g* Mangannitrat in 40 *ccm* Wasser bringt man, ebenfalls in 40 *ccm* Wasser gelöst, 1,69 *g* Silbernitrat und verdünnt auf 100 *ccm*. Zur völligen Neutralisation fügt man 1 Tropfen sehr verdünntes Alkali zu und filtriert von dem geringen schwarzen Niederschlag ab. In diese Lösung, die in einer dunklen Flasche aufzubewahren ist, legt man für 15 Min. Streifen aus Filtrierpapier (Whatman Nr. 1) und schneidet daraus nach dem Trocknen kleinere Stücke, die man dann in einem dunklen Glasgefäß vor Ammoniakspuren sicher geschützt aufbewahrt.

Zur Bestimmung bringt man je nach dem zu erwartenden Ammoniakgehalt 1, 25 oder 50 *ccm* der Wasserprobe in den Kolben, ergänzt gegebenenfalls mit ammoniakfreiem destillierten Wasser auf 50 *ccm* und fügt 0,5 *g* vorher durch Glühen von Ammoniak befreites Natriumcarbonat zu. Der mit Reagenspapier beschickte Aufsatz des Apparats wird nun eingesetzt und der Kolben so lange auf einer Asbestscheibe erhitzt, bis 25 *ccm* des Wassers abdestilliert sind. Darauf entfernt man das Reagenspapier, läßt es trocknen und vergleicht die braunschwarze Verfärbung ($Mn^{\cdot\cdot} + 2\,Ag^{\cdot} + 4\,OH' = MnO_2 + 2\,Ag + 2\,H_2O$) mit einer vorhandenen Standardskala. Zu deren Herstellung werden 0,785 *g* reines Ammoniumchlorid in 1 *l* Wasser gelöst und davon 10 *ccm* neuerlich auf 1 *l* verdünnt. Steigende Mengen dieser Lösung (ab 0,1 *ccm*, entsprechend 0,00025 *mg* NH_3) mit Abständen von je 0,1 *ccm* werden wie beschrieben behandelt und die erhaltenen Verfärbungen gegebenenfalls nach Überziehen mit einer dünnen Paraffinschicht im Dunkeln aufbewahrt.

Zur Erfassung organisch gebundenen Ammoniaks im Wasser bringt man vorteilhaft nach Bestimmung des freien und als Salz vorliegenden Anteils zum Rückstand 10 *ccm* einer Lösung von 50 *g* Natriumhydroxyd und 2 *g* Kaliumpermanganat in 250 *ccm* Wasser und ferner 25 *ccm* ammoniakfreies destilliertes Wasser. Man kocht dann wie vorher, diesmal aber bis auf 10 *ccm* ein, entfernt das Reagenspapier und vergleicht nach dem Trocknen. Edith Kroupa.

Mikroanalyse der Erdalkalimetalle. Eine Bestimmung von „Submikromengen" an Calcium wird von A. E. Sobel und I. A. Kaye[2])

[1]) F. Feigl, Mikrochemie **13**, 129 (1933); vgl. diese Ztschrft. **99**, 202 (1934). — [2]) Ind. Eng. Chem. Analytical Edition **12**, 118 (1940); durch Chem. Zentrbl. **111**, II, 1478 (1940).

beschrieben, die durch jodometrische Endbestimmung hierfür die Empfindlichkeit dieser Art von Titrationen verwerten. Die nach der vorliegenden Methode erfaßbaren Calciummengen liegen zwischen 0,004 und 0,04 *mg*, wobei man unter Verwendung einer gewöhnlichen, 5—10 *ccm* fassenden Mikrobürette titriert. Zur Bestimmung wird nach Fällung des Calciums als Oxalat dieses in einem entsprechenden Zentrifugenröhrchen bei 475—525° verglüht. Das Carbonat löst man unter Erhitzen in 0,01 n-Salzsäure und bestimmt den Überschuß an Salzsäure durch Zugabe von Kaliumjodid und Kaliumjodat und Ermittlung der in Freiheit gesetzten Jodmenge. Die Titration wird mit etwa 0,0007 n-Natriumthiosulfatlösung ausgeführt, die man auf die verhältnismäßig beständige 0,01 n-Salzsäure eingestellt hat.

Die colorimetrische Mikrobestimmung von Magnesium ist Gegenstand einer Veröffentlichung von C. P. Sideris[1]). Der Arbeitsgang sieht die Verarbeitung von 2 *g* getrockneter Substanz vor, deren Asche mit mindestens 5 *ccm* 18,5%iger Salzsäure unter Erwärmen extrahiert wird. Nach Filtrieren des ungelösten Anteils wird ein aliquoter Teil der Lösung in einem 50 *ccm* fassenden Zentrifugenröhrchen zwecks Abscheidung der Phosphorsäure mit 1 *ccm* 1%iger Bleiacetatlösung behandelt, worauf der Überschuß an Blei mit 1 *ccm* 1%iger Schwefelsäure ausgefällt wird. Die zentrifugierte Lösung neutralisiert man mit n-Natriumhydroxydlösung gegen Methylrot und setzt zur Fällung des Calciums 2 *ccm* 20%iger Essigsäure und 5 *ccm* 4%iger Ammoniumoxalatlösung zu. Das Calciumoxalat wird nach mehrstündigem Stehen abfiltriert (Asbestfilter) und das Filtrat mit weiteren 2 *ccm* 20%iger Essigsäure sowie 3 *ccm* alkoholischer 5%iger Oxychinolinlösung versetzt. Auf diese Weise werden Kupfer und Nickel abgeschieden. Nach Abfiltrieren des Niederschlages und Zugabe von 5 *ccm* konz. Ammoniak erhitzt man ½ Stde. lang zum Sieden, kühlt ab und fügt mindestens 5 *ccm* Chloroform zu. Eine Stunde später wird durch einen Jenaer Glasfiltertiegel G 4 filtriert und mit 10%igem Ammoniak und Chloroform bis zum Verschwinden der grünschwarzen Färbung gewaschen, worauf man das zurückbleibende Magnesiumoxinat mit Salzsäure behandelt. Nach Auffüllen der Lösung auf 100 *ccm* werden 10 *ccm* davon im Scheidetrichter mit 3 *ccm* einer 1%igen Lösung von $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ sowie 3 *ccm* 50%iger Natriumacetatlösung versetzt. Man schüttelt gut durch, gibt 5 *ccm* oder mehr an Chloroform zu, trennt die untere Schicht ab und schüttelt die wäßrige Flüssigkeit bis zum Verschwinden der Grünschwarzfärbung mit geringen Anteilen Chloroform aus. Die Chloroformlösung wird in einem 25 *ccm* fassenden graduierten Reagensglas gesammelt, mit Butylalkohol aufgefüllt und gegen Standardlösungen bekannten Magnesiumgehaltes colorimetriert. Nach dem Verfahren sollen Mengen bis zu 0,05 *mg* hinab erfaßbar sein. Edith Kroupa.

„Die Mikrochemie der Edelmetalle" betitelt sich eine Arbeit von H. J. Fraser[2]), die wegen ihres Umfanges an dieser Stelle nur in ihren wichtigsten Einzelheiten wiedergegeben werden kann. Der Verfasser

[1]) Ind. Eng. Chem. Analytical Edition **12**, 232 (1940); durch Chem. Zentrbl. **111**, II, 3672 (1940). — [2]) American Mineralogist **22**, 1016 (1937).

hatte sich die Aufgabe gestellt, die Methode der mikroskopischen Beobachtung von Reaktionen im Tropfen[1]) auch auf die Platinmetalle auszudehnen. Bisher hat man wohl die Edelmetalle Gold und Silber nach dieser Richtung hin auf das eingehendste untersucht und eine Reihe von Mikroreaktionen gefunden; für die Platinmetalle jedoch liegt nur geringes Untersuchungsmaterial vor. Eine Anzahl von anorganischen und organischen Reagenzien wurde daher auf ihre Brauchbarkeit als Nachweismittel für diese Metalle geprüft, wobei die Auffindung von möglichst selektiven Methoden angestrebt wurde. Die Störung des Nachweises durch unedle Metalle wurde bei den Untersuchungen nicht mit berücksichtigt, weil es leicht möglich ist, diese durch Behandeln der Erzprobe mit verdünnter Salzsäure oder verdünnter Salpetersäure zu entfernen, noch bevor man die Edelmetalle selbst in Lösung bringt. Enthält das Erz allerdings Palladium, so darf man wegen seiner Löslichkeit in verdünnter Salpetersäure nur verdünnte Salzsäure für diesen Zweck verwenden. Dabei werden jene Elemente, die mit dem Palladium häufig zusammen vorkommen und gleichzeitig seinen Nachweis mit Dimethylglyoxim stören, entweder entfernt oder in unlösliche Form übergeführt. Aber auch das Edelmetall Silber wurde in die Untersuchungen nicht mit einbezogen, weil es ebenfalls bei dem vom Verfasser angewendeten Aufschlußverfahren in eine unlösliche Verbindung, nämlich Silberchlorid, verwandelt wird. Im übrigen ist sein mikroanalytischer Nachweis bereits eingehend genug behandelt worden, so daß es sich erübrigte, weitere Nachweisreaktionen dafür zu suchen.

Der Aufschluß der Erzprobe. Für den Aufschluß wird vom Verfasser ein Schmelzen der Erzprobe mit Natriumchlorid in Chlorgasatmosphäre empfohlen[2]). Das Verfahren kann bei sorgsamer Handhabung auch für geringe Probemengen verwendet werden. Der Verfasser selbst bediente sich dieser Art des Aufschlusses, um aus eingewogenen Metallmengen Chloridlösungen der einzelnen Edelmetalle von bestimmten Konzentrationen für seine Untersuchungen herzustellen. Er verfuhr dabei wie folgt: Die eingewogene Metallmenge wurde in einem Achatmörser zusammen mit etwa der vierfachen Menge an geschmolzenem Natriumchlorid fein zerrieben und die Mischung in ein kleines, offenes Hartglasrohr gebracht. Das Rohr wurde an einen Chlorgaserzeuger angeschlossen und sorgfältig erhitzt, bis die Masse leicht glühte. Nachdem man das Glühen noch 3 Min. lang fortgesetzt hatte, wurde das Rohr abgeschaltet und der Inhalt auskühlen gelassen. Schließlich wurde mit Wasser aufgenommen und filtriert. Ein etwa ungelöst verbleibender Rückstand wurde nochmals wie oben aufgeschlossen. Im allgemeinen genügte ein zweimaliges Schmelzen zum vollständigen Aufschluß. Die vereinigten Filtrate wurden auf ein bestimmtes Volumen aufgefüllt und so die gewünschten Standardlösungen der einzelnen Edelmetalle erhalten.

Soll das beschriebene Aufschlußverfahren zur Untersuchung von Erzen herangezogen werden, so ist vor allem darauf zu achten, daß die

[1]) H. Behrens und P. D. C. Kley, Mikrochemische Analyse (1921). — [2]) U. S. Bureau of Standards Notes (Journ. Franklin Institute) **217**, 106 (1934).

Beschickung im Rohr nicht überhitzt wird, da sonst eine Wiederzerlegung der bereits gebildeten Chloride, vor allem derjenigen des Platins, eintritt.

Aus der Farbe der schließlich erhaltenen Aufschlußlösungen kann man bereits auf die Anwesenheit vorherrschender Metalle schließen. Die Chloridlösungen der einzelnen Edelmetalle besitzen in etwa 1%iger Metallkonzentration folgende Färbungen: Gold = gelb; Platin und Osmium = gelb mit einem schwachen Stich ins Orange; Iridium = braun; Palladium = braunrot; Rhodium = kirschrot; Ruthenium = dunkelkirschrot.

Durchführung des Nachweises. Von der erhaltenen Aufschlußlösung wird 1 Tropfen entnommen und unter dem Mikroskop mit 1 Tropfen bzw. Kryställchen des betreffenden Reagenses versetzt. Sofortige Fällungen, Ausscheidungen oder Umfärbungen können nun beobachtet werden. Man setzt jedoch, gleichgültig ob eine sichtbare Reaktion bereits stattgefunden hat oder nicht, die Beobachtung weiter fort, und zwar so lange, bis der Tropfen vollständig zur Trockne eingedampft ist. Mit der fortschreitenden Änderung der Konzentrationsverhältnisse und entsprechend den Löslichkeiten der betreffenden Verbindungen werden bei Anwesenheit mehrerer Edelmetalle nacheinander die Fällungen, Färbungen usw. der einzelnen Metalle auftreten. Auf diese Weise ist es oft möglich, mit ein und demselben Reagens und aus 1 Tropfen heraus mehrere der Edelmetalle, eines nach dem anderen zu erkennen. Bei gewissen Reaktionen wird der Tropfen nach Zugabe des Reagenses auch erwärmt.

Im folgenden seien die wichtigsten Reaktionen der in Frage kommenden 7 Metalle kurz beschrieben. Wegen der Enge des Raumes muß auf eine vollständige Wiedergabe aller Beobachtungen des Verfassers verzichtet werden. Es werden nur jene Reaktionen gebracht, die charakteristisch und deutlich und zugleich selektiv genug sind, um einen Nachweis auch in Gegenwart eines oder mehrerer der übrigen Edelmetalle zu gestatten[1]).

Was die Durchführung der Versuche betrifft, so wurden die Einzelreaktionen mit Lösungen vorgenommen, die das betreffende Metall in einer Konzentration von 1% als Natriumchlorid-Metallchlorid-Komplex enthielten. Bei den Versuchen auf Störung der Reaktionen durch zweite Metalle wurde das nachzuweisende Metall zunächst als 0,1%ige Lösung und das störende Metall als 1%ige Lösung in Anwendung gebracht. Wurde die Reaktion durch diesen zehnfachen, gewichtsmäßigen Überschuß des Begleitmetalles unmöglich gemacht, so wurde noch geprüft, ob der Nachweis bei Gegenwart der gleichen Mengen an nachzuweisendem Metall und Begleitmetall, also unter Anwendung von 1%igen Lösungen beider Metalle gelänge.

Angewendete Reagenzien und Reagenslösungen. *Ammoniumdichromat:* Etwa 0,1 *g* $(NH_4)_2Cr_2O_7$, gelöst in 30 *ccm* Wasser. — *Kaliumdichromat:* Eine Lösung von annähernd der gleichen Konzentration wie beim Ammoniumdichromat. — *Ammoniumchlorid:* In fester Form angewendet. — *Kaliumjodid:* In fester Form angewendet. — *Kaliumquecksilberrhodanid:* 5%ige wäßrige Lösung von $K_2Hg(CNS)_4$. —

[1]) So wurden beispielsweise die Reaktionen mit Caesiumchlorid in den Bericht nicht aufgenommen (R. R.).

Benzidin: 0,05 *g* Benzidin, gelöst in 10 *ccm* Eisessig, das Ganze verdünnt auf 100 *ccm*. — *Thioharnstoff:* 10%ige Lösung in Wasser. — *Dimethylglyoxim:* 1 Raumteil einer alkoholischen 2%igen Lösung des Reagenses, vermischt mit 1 Raumteil Wasser. — *Dimethylaminobenzalrhodanin:* 0,03%ige Lösung in Aceton. — *Pyridinhydrobromid:* 1 Raumteil Pyridin, vermischt mit 9 Raumteilen 40%iger Bromwasserstoffsäure. (Die Lösung zersetzt sich rasch.)

Einzelreaktionen.

Platin (1%ige Lösung).

Ammoniumdichromat: Sofortige Fällung von federartigen Kreuzen, Würfeln und Oktaedern, dunkel im d. L.[1]), gelb im r. L.[1]). — *Kaliumdichromat:* Sofortige Fällung von gelben Würfeln, Rhomben und anderen Formen, lichtgelb im r. L. — *Kaliumjodid:* Sofortiger Farbwechsel der Lösung in sattes Braun, gefolgt von einer raschen Fällung von kleinen schwarzen Körnchen, die zu Sechsecken und Rhomben anwachsen, während gleichzeitig die Lösung in Rosafarben oder Farblos verblaßt; alle Krystalle sind schwarz im r. L. — *Kaliumquecksilberrhodanid:* Rasche Fällung von citronengelben Oktaedern und Kryställchen, die würfelige und oktaedrische Gestalt besitzen, ebenso von federartigen Kreuzen; Krystalle isotrop, Farbe grünlichgelb bei dünnen, bis schwarz bei dicken Krystallen[2]); alle Krystalle sind kanariengelb im r. L. — *Benzidin:* Rasche Bildung von langen, dünnen, haarähnlichen Nadeln, grün bis gelbgrün, mit gerader Auslöschung, starker Doppelbrechung bei dicken Krystallen; im r. L. gelblichweiß. Die Nadeln treten gewöhnlich einzeln auf, jedoch pflegen manchmal mehrere von einem gemeinsamen Mittelpunkt strahlenförmig auszugehen. Sehr charakteristische Formen und deutlicher Nachweis.

Iridium (1%ige Lösung).

Ammoniumdichromat: Sofortige Fällung von schwarzen Würfeln, Kombinationen von Oktaeder mit Würfel, Rhomben und Kreuzen, schwarz im r. L. — *Kaliumdichromat:* Sofortige Fällung von schwarzen Würfeln, Rhomben, dreizackigen Sternen und Kombinationen von Oktaeder mit Würfel, schwarz im d. L. sowie im r. L. — *Ammoniumchlorid:* Sofortige, sehr reichliche Fällung von winzigen schwarzen Würfeln rund um die Krystalle des Reagenses, schwarz im r. L. — *Benzidin:* Sofortige Fällung von kleinen, schwach gelben bis schwarzen, gleichgroßen Körnern mit hohem Brechungsindex; lichtgelb im r. L. Kräftiger Nachweis. — *Pyridinhydrobromid:* Keine sofortige Fällung. Als Nachweis praktisch unbrauchbar.

Palladium (1%ige Lösung).

Ammoniumdichromat: Langsame Fällung von federartigen Kreuzen und gekerbten, dreizackigen Sternen, braun bis schwarz im d. L. Kräftiger Nachweis. — *Ammoniumchlorid:* Langsame Bildung von langen, gelben Nadeln, manchmal quer durch den Tropfen wachsend; die Nadeln sind pleochroitisch von Goldgelb in Grasgrün, zeigen gerade Auslöschung bei starker Doppelbrechung. — *Kaliumjodid:* Sofortige Fällung eines dichten, außerordentlich feinen, schokoladebraunen bis schwarzen Pulvers, die sich als Ring rund um die Kaliumjodidkryställchen ausbreitet; Farbe im r. L. goldbraun bis schwarz. — *Benzidin:* Keine sofortige Fällung. Beim Eindampfen des Tropfens entstehen strahlige Nadeln und verästelte Blättchen vom Rande des Tropfens aus; braungelb im d. L., gelb im r. L. Nachweis verzögert, doch kräftig. — *Thioharnstoff:* Sofortige kräftige Fällung eines feinkörnigen, schokoladebraunen bis schwarzen Niederschlages, gefolgt von stark gefiederten

[1]) Die Abkürzung „d. L." bedeutet „im durchfallenden Licht", die Abkürzung „r. L." gilt für „im reflektierten Licht". — [2]) Wird bei Abscheidungen bloß die Farbe angegeben, so ist dies identisch mit der Angabe „im d. L.". Dagegen wird bei Angabe der Farbe im auffallenden Licht stets speziell die Bezeichnung „im r. L." hinzugefügt.

Blättchen und Nadeln, die in ihrer Farbe von Lichtgelbgrün bis Tiefgelb schwanken, einen hohen Brechungsindex besitzen und starke Doppelbrechung zeigen; gelb bis rosabraun im r. L. Kräftiger Nachweis. Die Farbe der Lösung schlägt schon bei Zugabe des Reagenses von Braun in Gelb um. Beim Erhitzen des Tropfens löst sich der gesamte Niederschlag wieder auf, um beim Abkühlen wieder zu erscheinen; rasches Abkühlen ergibt die Bildung von strahligen Büscheln gelbgefärbter Nadeln (Thioharnstoff ?). — *Rhodanin*[1]: Kräftige Rosafärbung der Lösung, sofortige Fällung von rosafarbenen Nadeln und Büscheln. Die Anwesenheit von Salzsäure in einer Konzentration von 1:5 verhindert die Färbung der Lösung, aber nicht die Bildung des Niederschlages. Die Färbung der Lösung ist am deutlichsten in einer 0,1%igen Metallösung. — *Dimethylglyoxim:* Sofortige reichliche Fällung von verfilzten Nadeln, gelb im d. L., fahlgrün mit einem Stich nach Gelb im r. L. Beim Stehenlassen tritt eine Umkrystallisation in größere Nadeln ein, die auch dunkler und mehr grün im d. L. erscheinen und im r. L. fast farblos sind. Der eingetrocknete Tropfen ist rosafarben. Die Fällung tritt selbst in stark salzsaurer Lösung sofort ein, auch wenn man den Tropfen vor der Zugabe des Reagenses mit dem gleichen Volumen an konz. Salzsäure versetzt hat. Unter den gleichen Bedingungen gibt selbst eine 0,1%ige Palladiumlösung eine sofortige Fällung. — *Pyridinhydrobromid:* Keine sofortige Fällung. Sehr spät, beim Eindampfen des Tropfens, bilden sich vom Tropfenrand aus braune Rhomben und Blättchen, die gegen die Mitte des Tropfens zu anwachsen; pleochroitisch von Farblos in Braun, gerade Auslöschung, außergewöhnlich intensive blaue Interferenzfarben. Kräftiger Nachweis, jedoch stark verzögert. Im r. L. sind die Abscheidungen rot gefärbt; sie sind im Überschuß des Reagenses unlöslich.

Rhodium (1%ige Lösung).

Ammoniumchlorid: Keine Fällung, bis der Tropfen teilweise eingedampft ist. Dann bilden sich dunkle, kleine Würfelchen mit hohem Brechungsindex. Es folgen später große, rosafarbene Sechsecke und Blättchen; die letzteren sind gewöhnlich viel kleiner und besitzen einen kleinen Brechungsindex. Der Nachweis ist charakteristisch, jedoch verzögert. — *Benzidin:* Keine sofortige Fällung. Langsame Ausscheidung von kugeligen Körnern, rosafarben bis gelblichschwarz im d. L., rosarot im r. L. Verzögerter, jedoch kräftiger Nachweis. — *Kaliumjodid:* Rasche Fällung von Nadeln, strahligen Büscheln, Blättchen und gedrungenen Prismen; die Lösung schlägt in Gelb um; alle Fällungsformen stark doppelbrechend, rosafarben im d. L. und auch im r. L. — *Thioharnstoff:* Ziemlich rasche Fällung von federartigen Kreuzen und Rosetten von mattgelber bis intensiv gelber Farbe, kleinem Brechungsindex und isotropem Verhalten. Beim Eindampfen entstehen rosafarbene Blättchen am Tropfenrande. Ziemlich kräftiger Nachweis. Leichtes Erhitzen läßt die Lösung von Rosafarben in Gelborange umschlagen. — *Rhodanin:* Die Farbe der Lösung wechselt von Schwachrosa in Gelb unter gleichzeitiger Fällung von kleinen rosafarbenen Nadeln. Die Reaktion ist am deutlichsten in einer 0,1%igen Metallösung. — *Dimethylglyoxim:* In wenigen Sekunden eintretende Fällung eines sehr feinkörnigen Niederschlages von kleinen, zuweilen verfilzten Nädelchen, dunkel im d. L., grünlich-gelb im r. L. Beim Eindampfen bilden sich schwach-rosafarbene Blättchen und federartige Kreuze, während gleichzeitig die Nädelchen grünlich werden. Die Reaktion ist der des Palladiums sehr ähnlich, jedoch sind die Nadeln im durchfallenden Licht nicht gelb; der Eindampfrückstand ist ebenfalls rosafarben. Bei genügend starken Salzsäurekonzentrationen im Reaktionsgemisch tritt die Fällung nicht ein. So wird die Fällung ausbleiben, wenn das Mischungsverhältnis zwischen der Probelösung und der zugesetzten konz. Salzsäure 1:1 ist; entspricht jedoch die Säurekonzentration bloß dem Verhältnis 1:5, so wird die Fällung nicht verhindert. Der einmal abgeschiedene Niederschlag kann durch Zusatz von konz. Salzsäure leicht wieder in Lösung gebracht werden.

[1]) Abkürzung für Dimethylaminobenzalrhodanin.

Ruthenium (1%ige Lösung).

Ammoniumdichromat: Ziemlich rasche Abscheidung von sehr kleinen, roten Körnchen, rot im r. L. — *Benzidin:* Keine sofortige Fällung. Beim Eindampfen des Tropfens Bildung von rundlichen Körnchen und Kügelchen oder einigen Nadeln oder von beiden; alles schwach gelblich im d. L., gelborange im r. L. Verzögerter, aber kräftiger Nachweis; Niederschlagsform nicht sehr charakteristisch. — *Thioharnstoff:* Keine Fällung. Der Tropfen nimmt jedoch langsam eine tiefe, schwarzblaue Färbung an. Beim Eindampfen entstehen schwarzblaue Kügelchen vom Tropfenrand aus. Wird der Tropfen gleich nach Zugabe des Reagenses vorsichtig erhitzt, so schlägt seine Farbe sofort in Schwarzblau um. Kräftiger, brauchbarer Nachweis. — *Rhodanin:* Sofortige Fällung von farblosen bis gelblichbraunen Nadeln und strahligen Büscheln; geringe Doppelbrechung, gelblich im r. L. — *Pyridinhydrobromid:* Keine sofortige Fällung. Langsam, beim Eindampfen, bilden sich grüne Würfel, Blättchen und Prismen (alle Formen sehr klein) sowie auch braune Körnchen und Prismen. Die grünen Kryställchen zeigen tiefblaue Interferenzfarben und sind im r. L. blau. Die braunen Körnchen sind im r. L. rot. Sämtliche Gebilde sind im Überschuß des Reagenses unlöslich. Kräftige, aber spät eintretende Reaktion.

Osmium (1%ige Lösung).

Ammoniumdichromat: Sofortige Fällung von Rhomben und Sechsecken, orange bis schwarz gefärbt. — *Ammoniumchlorid:* Sofortige reichliche Fällung von mittelgroßen, rotbraunen bis schwarzen Würfeln, drei- und vierzackigen Sternen und Oktaedern, rotbraun im r. L. — *Kaliumjodid:* Rasche Fällung von kleinen, rotbraunen bis schwarzen Würfeln und Oktaedern. Beim Eindampfen scheiden sich bräunliche Blättchen, Kreuze und dreizackige Sterne vom Tropfenrand aus ab. — *Benzidin:* Nach etwa 15 Sek. bilden sich lange, leuchtend-gelbe Blättchen von gerader Auslöschung, schwachem Pleochroismus von Licht- in Dunkelgelb und gelber Farbe im r. L. — *Thioharnstoff:* Keine Fällung. Der kalt eingedampfte Tropfen hinterläßt gelbe Blättchen von Thioharnstoff. Erhitzt man jedoch den Tropfen gleich nach Zugabe des Reagenses vorsichtig, so schlägt seine Farbe in rötliches Purpur um. Sehr deutliche und spezifische Reaktion. — *Pyridinhydrobromid:* Keine sofortige Fällung. Beim Eindampfen bilden sich gelbe Würfel und Blättchen vom Tropfenrande aus. Schwache, jedoch charakteristische Reaktion. Die Abscheidungen sind im Überschuß des Reagenses praktisch unlöslich.

Gold (1%ige Lösung).

Kaliumjodid: Der Tropfen nimmt unmittelbar eine sattbraune bis goldgelbe Färbung an, gefolgt von sofortiger Abscheidung eines dunklen, feinkörnigen Niederschlages, gelb bis braun im r. L. Später Bildung von grünlichgelben Würfeln, Blättchen und anderen Formen in einer braunen Lösung. Der ganze reichliche Niederschlag ist ein Gemisch von Gelb und Braun bei Betrachtung unter gekreuzten Nicols. — *Kaliumquecksilberrhodanid:* Sofortige, reichliche Fällung von Büscheln verzweigter Nadeln, bräunlichgrün im d. L., schwach gelblichweiß bis rötlich im r. L. Formen ähnlich wie bei der Kupferreaktion. Sehr kräftiger Nachweis. — *Dimethylglyoxim:* Langsame Bildung eines Niederschlages von kleinen Nadeln und gedrungenen Prismen, farblos bis schwach grünlich im d. L., praktisch farblos im r. L. Die Nadeln sind selten verästelt, jedoch ist die Abscheidung trotzdem sehr schwer von jener des Palladiums und Rhodiums zu unterscheiden. Analog wie beim Rhodium tritt die Fällung nicht ein, wenn die Fällungslösung eine Konzentration an konz. Salzsäure aufweist, die dem Mischungsverhältnis 1:1 entspricht. Und ebenso tritt die Fällung ein, wenn die Salzsäurekonzentration unter dem Mischungsverhältnis 1:5 liegt. Der einmal abgeschiedene Niederschlag ist jedoch durch Zugabe von konz. Salzsäure wesentlich schwerer wieder in Lösung zu bringen. — *Thioharnstoff:* Sofortige Fällung von blauschwarzen Körnchen, die im Überschuß des Reagenses löslich sind. Beim Eindampfen entstehen am Tropfenrande farblose Rhomben und Blättchen von schwacher Doppelbrechung. Etwas später treten Prismen von starker Doppel-

brechung auf. — *Rhodanin:* Sofortige Fällung eines purpurfarbenen, feinkörnigen Niederschlages, dessen Farbe langsam in Gelbgrün umschlägt. Hierauf bilden sich in Menge kleine, gelbgrüne Nadeln, weiß im r. L. Noch später erscheinen rote, haarige Büschel, rot im r. L. Kräftiger Nachweis. — *Pyridinhydrobromid:* Sofortige reichliche Fällung von Büscheln, Prismen, Nadeln und federartigen Gebilden; pleochroitisch von Mattgelb in Blutrot, geringe Auslöschung, rot im r. L. Kräftige, spezifische Reaktion.

Reaktionen bei gleichzeitiger Anwesenheit zweier Edelmetalle. In diesem Abschnitt wurde der störende Einfluß beigemischter zweiter Metalle auf die brauchbarsten Reaktionen der einzelnen Edelmetalle untersucht. Es sei hier ausdrücklich festgestellt, daß bei diesen Versuchen nur Gemische von je zwei Metallen geprüft wurden; kompliziertere Gemische gelangten nicht zur Untersuchung.

Platin. *Benzidin:* Der Nachweis ist in Gegenwart aller übrigen Edelmetalle, mit einziger Ausnahme des Iridiums, von ausreichender Schärfe, auch wenn die begleitenden Metalle jeweils in zehnfacher Konzentration der angewendeten Platinkonzentration vorliegen. Die Versuche, bei denen das Platin als 0,1%ige und das betreffende Begleitmetall als 1%ige Lösung in gleichen Raumteilen gemischt wurden, ergaben einwandfreie Platinreaktionen, indem die langen, gelben Nadeln der Platinverbindung sich in fast allen Fällen zuerst abschieden; nur bei Anwesenheit von Gold trat zuerst die Ausscheidung der gelb- bis purpurgefärbten Büschel und Nädelchen der Goldverbindung in Erscheinung, ohne jedoch die Erkennung der später eintretenden Platinreaktion zu beeinträchtigen. Die Anwesenheit von Osmium scheint die Platinreaktion sogar zu beschleunigen und zu verstärken. In allen diesen Fällen war auch das Begleitmetall einwandfrei nachweisbar. Vollständig gestört wird die Platinreaktion durch Iridium, selbst wenn dieses nur in etwa der gleichen Konzentration wie das Platin vorliegt (unsicheres Eintreten der Reaktion und gestaltlose Abscheidungsformen ohne charakteristisches Aussehen). — *Kaliumjodid:* Der Nachweis des Platins ist in Gegenwart der zehnfachen Konzentrationen der Metalle Iridium, Rhodium und Ruthenium möglich. Unbrauchbar ist die Reaktion bei Anwesenheit der Metalle Palladium, Osmium und Gold, auch wenn die Begleitmetalle in nur einfachem Konzentrationsverhältnis zum Platin vorliegen. — *Kaliumquecksilberrhodanid:* Guter Platinnachweis in Gegenwart der gleichen Iridiumkonzentration. — *Ammoniumdichromat:* Auch dieses Reagens gestattet in Gegenwart der gleichen Iridiumkonzentration einen kräftigen Nachweis sowohl des Platins als auch des Iridiums. Zuerst scheiden sich Krystalle der Iridiumverbindung, dann gemischte Krystalle und schließlich die der Platinverbindung aus.

Iridium. Iridium ist wohl das am schwersten nachweisbare unter den untersuchten 7 Edelmetallen, weil es mit den meisten Reagenzien keine oder aber schlecht ausgebildete Fällungen gibt. Dieses Verhalten macht aber seinen Nachweis in Gegenwart zweiter Metalle doppelt schwierig. — *Ammoniumdichromat:* Der Nachweis des Iridiums ist in Gegenwart der zehnfachen Konzentrationen der Metalle Palladium, Rhodium, Ruthenium und Gold möglich. Es scheiden sich die orangefarbenen

bis schwarzen Würfel, Rhomben, Kreuze usw. unmittelbar ab. Der Nachweis gelingt auch in Anwesenheit der Metalle Osmium und Platin, jedoch nur dann, wenn das betreffende Begleitmetall in etwa der gleichen Konzentration wie das Iridium vorliegt. — *Ammoniumchlorid:* Es gilt genau dasselbe wie für die Ammoniumdichromat-Reaktion. — Iridium wird bei Anwesenheit eines größeren Platin- oder Osmiumüberschusses am besten so nachgewiesen, daß man den Probetropfen zuerst mit Kaliumjodid oder Kaliumquecksilberrhodanid versetzt, hierauf vom Platin- bzw. Osmiumniederschlag abfiltriert[1]) und im Filtrat das Iridium entweder mit Benzidin oder mit Ammoniumdichromat nachweist.

Palladium. *Dimethylglyoxim:* Dieses Reagens gestattet in stark salzsaurer Lösung einen ausgezeichneten Nachweis des Palladiums in Gegenwart aller übrigen Edelmetalle. Es genügt, wenn man zum Probetropfen einen gleich großen Tropfen konz. Salzsäure zusetzt, um die notwendige Acidität zu erreichen, damit keines der Begleitmetalle mitgefällt wird. Auch die Fällung von Rhodium und von Gold wird dadurch verhindert, und trotzdem tritt die Abscheidung der charakteristischen Palladiumnadeln sofort in Erscheinung. — *Thioharnstoff:* Dieses Reagens soll nach Angabe des Verfassers die gleichen Vorzüge wie das Dimethylglyoxim besitzen. Es fehlen jedoch genauere Beschreibungen über den Verlauf der Reaktionen. Die Beschreibung der Einzelreaktionen läßt vermuten, daß es sich bei der Angabe des Verfassers lediglich um einen Schreibfehler handelt (R. R.).

Rhodium. *Dimethylglyoxim:* Der Nachweis gelingt bei Anwesenheit der Metalle Platin, Iridium, Osmium und Ruthenium, auch wenn diese in zehnfacher Konzentration gegenüber dem Rhodium auftreten, jedoch nur in neutraler oder schwach salzsaurer Lösung. Da Palladium und Gold unter diesen Bedingungen ganz ähnliche Fällungen ergeben, wird ein Nachweis durch ihre Anwesenheit unmöglich gemacht. — *Benzidin:* Dieses Reagens erlaubt in Gegenwart der zehnfachen Konzentration an Iridium oder Gold einen verläßlichen Nachweis des Rhodiums. In Gegenwart von Palladium wird man Rhodium am besten so nachweisen, daß man zuerst das Palladium mit Dimethylglyoxim in stark salzsaurer Lösung fällt, filtriert und im Filtrat das Rhodium mit Benzidin nachweist. Bei geringen Konzentrationen an Rhodium (0,1%ig an Metall) ist dieser Nachweis zwar stark verzögert, jedoch deutlich und verläßlich. Der Rhodiumnachweis mit Benzidin ist ferner auch in Anwesenheit von Platin, Palladium und Osmium möglich, jedoch nur dann, wenn die Begleitmetalle ungefähr in einem einfachen Konzentrationsverhältnis zum Rhodium stehen. Völlig unbrauchbar ist Benzidin in Gegenwart von Ruthenium, und zwar wegen der großen Ähnlichkeit der beiden Fällungsformen.

Ruthenium. *Thioharnstoff:* Der Nachweis gelingt in Anwesenheit der zehnfachen Konzentrationen aller übrigen Edelmetalle mit alleiniger Ausnahme des Palladiums. Bei den Versuchen, die mit einer 0,1%igen Rutheniumlösung und einer 1%igen Lösung des betreffenden Begleit-

[1]) Über die Art, wie der Verfasser solche Filtrationen vorgenommen hat, fehlen nähere Beschreibungen (R. R.).

metalles durchgeführt wurden, führte das Erwärmen des Tropfens nach Zugabe des Reagenses zu einer zwar schwachen, aber deutlichen grünblauen Färbung. Bei Anwesenheit von Gold trat zuerst die purpurne Fällung des Goldes auf; diese ging jedoch wieder in Lösung und machte beim Erwärmen des Tropfens dem intensiven Blau des Rutheniums Platz. Als etwas kritisch ist der Nachweis bei Anwesenheit von Osmium zu betrachten, weil der Tropfen beim Erwärmen nur kurze Zeit die Blaufärbung des Rutheniums zeigt, die ziemlich rasch in die Purpurfärbung des Osmiums umschlägt. Ein zehnfacher Überschuß an Palladium macht den Rutheniumnachweis unzuverlässig, jedoch gelingt er, wenn beide Metalle in etwa der gleichen Konzentration vorliegen. Bei Anwesenheit eines großen Palladiumüberschusses wird man dieses Metall am besten vorher mit Dimethylglyoxim fällen und im Filtrat mit Thioharnstoff (oder auch mit Rhodanin) auf Ruthenium prüfen. — *Rhodanin:* Der Nachweis gelingt bei Anwesenheit der zehnfachen Konzentrationen der Metalle Platin, Iridium und Osmium. Es treten die typischen Nadeln und Büschel der Rutheniumverbindung deutlich in Erscheinung. Der Nachweis ist auch in Gegenwart von Gold möglich, jedoch nur dann, wenn beide Metalle in etwa der gleichen Konzentration vorliegen. Völlig unbrauchbar wegen der großen Ähnlichkeit der beiden Fällungsformen ist die Reaktion bei Anwesenheit von Palladium oder Rhodium.

Osmium. *Thioharnstoff:* Platin, Iridium und Gold stören nicht, auch wenn sie in zehnfachem Überschuß gegenüber dem Osmium vorliegen. Die Versuche, die mit einer 0,1%igen Osmiumlösung und 1%igen Lösungen der drei genannten Metalle durchgeführt wurden, zeigten beim Erwärmen des Tropfens deutlich die Rosafärbung des Osmiums. Der Nachweis gelingt auch bei Anwesenheit der einfachen Konzentrationen der Metalle Palladium, Rhodium und Ruthenium. Im Falle der Gegenwart von Palladium oder Rhodium tritt beim Erwärmen eine Umfärbung des Tropfens in Dunkelrot bzw. Rötlich-Purpur ein, während im Falle des Rutheniums beim Erwärmen zuerst die Blaufärbung des Rutheniums und später erst die Purpurfärbung des Osmiums erscheint. Liegt Palladium in größerem Überschuß gegenüber dem Osmium vor, so wird man es am besten vorher mit Dimethylglyoxim entfernen und kann hernach im Filtrat mit Thioharnstoff auf Osmium prüfen. — *Benzidin:* Dieses Reagens versagt in Gegenwart von Platin oder Iridium vollständig. Auch bei Anwesenheit der übrigen Edelmetalle gelingt der Nachweis nur dann, wenn die Begleitmetalle in etwa der gleichen Konzentration wie das Osmium auftreten. Die Versuche mit einer 1%igen Osmiumlösung und 1%igen Lösungen der betreffenden Metalle ließen die charakteristischen Osmiumblättchen deutlich erkennen. — *Ammoniumdichromat:* Der Nachweis mit diesem Reagens gelingt auch in Gegenwart der Metalle Rhodium oder Gold, und zwar selbst dann, wenn diese in zehnfachem Überschuß gegenüber dem Osmium vorliegen. Die übrigen Metalle stören die Reaktion. — *Ammoniumchlorid:* Gutes Reagens in Gegenwart von Ruthenium, das auch in zehnfachem Überschuß gegenüber dem Osmium vorliegen darf.

Gold. *Pyridinhydrobromid:* Der Nachweis des Goldes wird durch

keines der übrigen Edelmetalle gestört, auch nicht durch deren zehnfachen Überschuß. Bei allen Versuchen, die mit einer 0,1%igen Goldlösung und 1%igen Lösungen der betreffenden Metalle durchgeführt wurden, trat die Goldfällung unmittelbar auf. Mit Ausnahme des Rhodiums waren gleichzeitig auch die Reaktionen der Begleitmetalle deutlich zu beobachten; sie treten etwas nach der Goldfällung ein.

R. Reissner.

III. Chemische Analyse organischer Stoffe.

Von

R. Fresenius. Lina Keil. P. Kainrath.

Literatur. L. Kofler, Mikromethoden zur Kennzeichnung organischer Substanzen. Nr. 46 der Beihefte zu der Zeitschrift des Vereins Deutscher Chemiker A: „Die Chemie" und B: „Die chemische Technik". 62 Seiten mit 50 Abbildungen. Verlag Chemie, Berlin 1942. Preis geh. RM. 6.80.

Auf die erste Fassung dieser Schrift sind unsere Leser an dieser Stelle[1]) aufmerksam gemacht worden. Sie ist unter dem Titel „Mikroskopische Methoden zur Identifizierung organischer Substanzen" als Nr. 36 der Beihefte erschienen. Die neue Fassung ist durch Abschnitte über den Mischschmelzpunkt, die Reinheitsprüfung, das Trennen und Reinigen durch Absaugen der eutektischen Schmelze und die qualitative Analyse von Substanzgemischen ganz wesentlich erweitert worden. Ein Kapitel über thermische Analyse ist von Frau Adelheid Kofler verfaßt worden, die darin die von ihr entwickelte Kontaktmethode beschreibt. Unter den Übungsbeispielen finden sich auch solche für die neu aufgenommenen Methoden. Schließlich sind auch die Tabellen wesentlich erweitert worden. Die Zahl der Substanzen, deren Schmelzpunkte mitgeteilt werden, ist von 250 auf annähernd 600 gestiegen.

Im Hinblick auf die Erweiterung des Inhalts und des Anwendungsbereichs ist die Titeländerung der wichtigen Schrift durchaus gerechtfertigt.

R. Fresenius.

1. Elementaranalyse.

Eine genaue Beschreibung des Verfahrens über den gleichzeitigen Nachweis von Stickstoff, Schwefel und Halogen in organischen Substanzen durch Hydrierung geben A. Slooff und D. van Duyn[2]). In einer Quarzröhre werden die Dämpfe der organischen Substanz hydriert. Das bei Gegenwart von Stickstoff, Schwefel und Halogen entstehende Gasgemisch, bestehend aus Ammoniak, Schwefelwasserstoff und Halogenwasserstoff wird über ein mittels eines Aluminiumblocks auf 400—500° C erhitztes kleines Schiffchen geleitet, in dem sich wasserfreie Soda befindet zur Bindung des gasförmigen Halogenwasserstoffs und zur teilweisen Bindung des Schwefelwasserstoffs als Natriumsalze. Ammoniak wird mit

[1]) Vgl. diese Ztschrft. **121**, 223 (1941). — [2]) Rec. Trav. Chim. Pays-Bas **59**, 1117 (1940).

Salzsäure bestimmt; der nicht gebundene Schwefelwasserstoff entweicht in die Luft und kann mit Bleiacetatpapier nachgewiesen werden.

Wie aus Abb. 45 zu ersehen ist, wird der einer Bombe entnommene Wasserstoff durch die beiden Waschflaschen A und B geleitet. (Waschflasche B ist mit Wasser gefüllt). Bei Verwendung von im Kipp-Apparat hergestelltem Wasserstoff muß dieser mit einer sauren und einer alkalischen Permanganatlösung und dann mit Silbernitratlösung behandelt werden. Von B aus gelangt der Wasserstoff in die Quarzröhre, in der sich ein Schiffchen C mit der zu analysierenden Substanz, ferner eine auf 800° C erhitzte Platinspirale D und ein mit wasserfreier Soda beschicktes Schiffchen E mit dem darüber befestigten Aluminiumblock F befindet. Am Ende der Röhre ist das Absorptionsgefäß G, das mit Wasser und einigen Tropfen Methylorange beschickt ist. Die über dem Absorptionsgefäß gezeichnete Bürette enthält die zur Titration von Ammoniak, das in dem Gefäß G gelöst ist, erforderliche 0,1 n-Salzsäure.

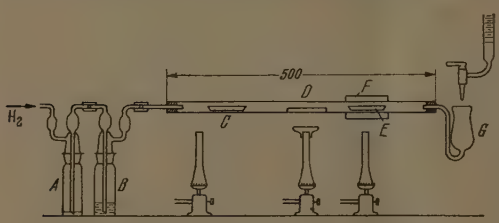


Abb. 45.

Vor Gebrauch muß die Röhre zur Entfernung von Sauerstoff mit einem lebhaften Wasserstoffstrom behandelt werden. Dann werden Platinspirale und Aluminiumblock auf die gewünschte Temperatur gebracht. Anschließend bringt man das Schiffchen mit der Substanz (20 *mg*) in die Quarzröhre und verdampft durch vorsichtiges 30 Min. langes Erhitzen.

Nach dem Verdampfen der Substanz und nach dem Abkühlen der Quarzröhre entfernt man das Schiffchen E, dessen Inhalt zur Prüfung auf Halogen und Schwefelwasserstoff in Wasser gelöst wird. Die mit verdünnter Essigsäure angesäuerte wäßrige Lösung wird einige Minuten aufgekocht. Mittels eines kleinen feuchten Bleiacetatpapiers kann das Vorhandensein von Schwefelwasserstoff festgestellt werden. Ein Teil der Lösung wird mit Salpetersäure angesäuert und mit Silbernitrat auf Halogen geprüft.

Enthält die Substanz außerdem noch flüchtige Metalle wie Arsen, Antimon, Zink, Cadmium und Quecksilber, so entsteht hinter dem Aluminiumblock ein Metallspiegel, der in Königswasser gelöst wird. In dieser Lösung können dann die flüchtigen Metalle nachgewiesen werden.

Lina Keil.

2. Qualitative und quantitative Analyse.

Organische Säuren. Die Möglichkeit einer neuen quantitativen Bestimmung von Aminosäuren haben W. H. Stein, C. Niemann und M. Bergmann[1]) untersucht. Die oft benutzte Methode der

[1]) Journ. Americ. Chem. Soc. **60**, 1703 (1938).

selektiven Fällung von Aminosäuren als Salze verläuft meist nicht quantitativ. Diese unvollständige Fällung kann aber dazu dienen, einzelne Aminosäuren ziemlich genau quantitativ zu bestimmen, denn die gefällte Menge des Salzes hängt von der Konzentration seiner in Lösung befindlichen Ionen ab. Es gilt daher: $(AH^+) \cdot (R^-) = \text{konst.}$ (I), wenn eine Säure RH mit einer Aminosäure A das Salz AH . R gibt. Setzt man wachsende Mengen r', r'', r''' des Fällungsmittels zu einer Lösung, die Y Mole der Aminosäure enthält, so erhält man drei verschiedene Mengen des Salzes (vgl. Abb. 46). Die erste enthält äquivalente Mengen x_1 des Fällungsmittels und y_1 der Aminosäure, während x' des Reagenses und y' der Säure in Lösung bleiben. Entsprechend erhält man x_2x'', y_2y'' und x_3x''', y_3y'''. Wäre der Niederschlag völlig unlöslich, so würden die jeweils gefällten Mengen auf der Diagonale OB liegen; in Wirklichkeit liegen sie auf der Hyperbel C' C'' C''' C''''. Aus Gleichung I folgt

$$x' \cdot y' = x'' \cdot y'' = x''' \cdot y''' \text{ (II).}$$

In allen Fällen, wo diese Beziehung gilt, kann die unbekannte Menge Y einer Aminosäure bestimmt werden, da man für y' den Wert Y—y_1, für y'' den Wert Y—y_2 und für y''' den Wert Y—y_3 einsetzen und so aus der Gleichung II die Gleichung III erhalten kann: $x' (Y-y_1) = x'' (Y-y_2) = x''' (Y-y_3)$ (III). Hierin sind aber alle Größen außer Y bekannt.

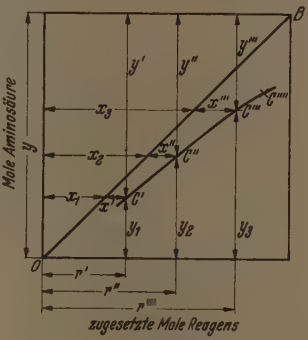


Abb. 46.
Bestimmuug der Aminosäuren mit Hilfe des Löslichkeitsproduktes.

Eine vereinfachte Vorschrift zur Bestimmung von Ameisensäure geben J. D. Reid und H. D. Weihe[1]) an.

Die Bestimmung von Ameisensäure in Gegenwart anderer Säuren durch Oxydation mit einer QuecksilberII-acetatlösung[2]) zu Kohlendioxyd liefert zwar sehr genaue Werte, erfordert aber eine komplizierte Apparatur. Die Verfasser haben die Apparatur vereinfacht und damit die Brauchbarkeit der Methode erhöht. Der Aufbau der Apparatur geht aus Abb 47 (S. 456) klar hervor. Das Absorptionsrohr A hat eine lichte Weite von 1,8 *cm* und ist am Boden mit einer feinen Glassinterplatte B verschlossen. Die Verschlüsse bestehen aus passenden Gummistopfen. Das Gefäß K hat ein Volumen von etwa 300 *ccm*. Zur Titration wird der Stopfen C durch einen anderen Stopfen N (Abb. 48) ersetzt, um mit Sicherheit atmosphärisches Kohlendioxyd auszuschließen. Das Rohr R reicht fast bis auf den Boden von K und ist zu einer 0,5 *mm* weiten Spitze ausgezogen; es dient, durch einen kurzen Schlauch mit der Bürette verbunden, zum Einleiten der Säure. Das Rohr ist, wie aus der Zeichnung hervorgeht,

[1]) Ind. Eng. Chem. Analytical Edition **10**, 271 (1938). — [2]) H. D. Weihe und P. B. Jacobs, Ind. Eng. Chem. Analytical Edition **8**, 44 (1936); vgl. diese Ztschrft. **109**, 129 (1937).

zu einem ungefähr 10 *cm* langen horizontalen Stück gebogen, um das Titrationsgefäß K frei bewegen zu können. Der Dreihalskolben E hat einen Inhalt von 200 *ccm* und steht durch das Rohr H mit einem langen Natronkalkrohr I in Verbindung. Die Verbindung mit K erfolgt über den Friedrich-Kühler F und den Schlauch J. Durch L kann an die ganze Apparatur Vakuum angelegt werden.

Die 50—100 *mg* Ameisensäure enthaltende Probe wird in E gebracht, mit Wasser auf 50 *ccm* verdünnt und mit 5 *ccm* n-Essigsäure versetzt. Um das Schäumen zu vermeiden, kann man etwas Paraffin zusetzen. In den Tropftrichter G füllt man 20 *ccm* einer QuecksilberII-acetatlösung, die man durch Lösen von 100 *g* QuecksilberII-acetat in 1000 *ccm* 0,5 n-Essigsäure und einstündiges Kochen unter Rückfluß bereitet hat. Der Schlauch J wird mit L verbunden und Luft durchgesaugt; mit dem Quetschhahn Q stellt man so ein, daß je Minute 200—250 *ccm* Luft durchströmen. Man kocht 10 Min. lang mäßig und bringt währenddessen 4 Tropfen Butylalkohol und 50 *ccm* 0,1 n-Natronlauge in K, worauf rasch der Stopfen C aufgesetzt wird. Nach Ablauf der 10 Min. entfernt man die Flamme und quetscht P ab; J wird mit D verbunden und die Vakuumleitung L bei M an das Absorptionsrohr angeschlossen.

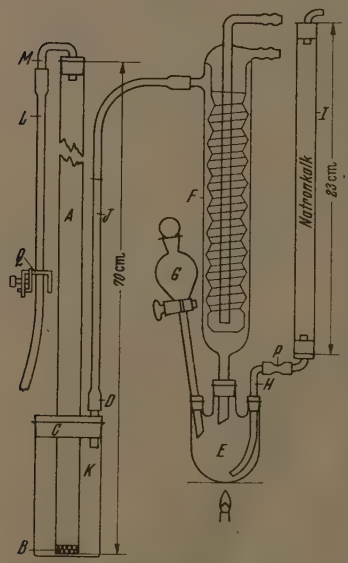


Abb. 47.

Ab. 48.

Nachdem man die Flamme untergestellt hat, öffnet man P und läßt, sobald die Lösung zu kochen beginnt, die QuecksilberII-acetatlösung innerhalb 5—10 Min. zutropfen. Nach 20 Min. entfernt man die Flamme und quetscht wiederum bei P ab. Nach Lösung der Verbindungen bei M und D läßt man den Inhalt von A in K auslaufen (gegebenenfalls unter leichtem Pressen mit kohlendioxydfreier Luft) und spült dreimal mit je 40 *ccm* heißem, kohlendioxydfreiem Wasser nach. Der Stopfen C wird gehoben, A rasch abgespült und durch den Stopfen N ersetzt. Durch eine der beiden Öffnungen setzt man 10 *ccm* einer 15%igen Bariumchloridlösung und etwas Phenolphthalein zu. Titriert wird mit 0,1 n-Salzsäure, mit der vor Beginn der Titration auch das Rohr R gefüllt wird. Durch eine Leerbestimmung erhält man den Wert für das aus der Luft oder den Reagenzien stammende Kohlendioxyd, der von der

verbrauchten Säure abgezogen wird. 1 *ccm* der 0,1 n-Salzsäure entspricht 2,3 *mg* Ameisensäure. Der Fehler betrug bei Anwendung reiner Ameisensäure 0,4%. P. Kainrath.

IV. Spezielle analytische Methoden.

1. Auf Lebensmittel und Gesundheitspflege bezügliche.

Von

R. Fresenius. Hanna Schmidt.

Literatur. Handbuch der Lebensmittelchemie. Begründet von A. Bömer, A. Juckenack, J. Tillmans. Herausgegeben von E. Bames, B. Bleyer, J. Großfeld. 9. Band. Essig, Bedarfsgegenstände, Geheimmittel. Ergänzungen zu Band I—VIII. Generalsachverzeichnis. XVI, 1220 Seiten mit 86 Abbildungen. Schriftleitung: E. Bames. Springer-Verlag Berlin 1942. Preis geb. RM. 150.75.

Der vorliegende 9. Band bringt jetzt das große Handbuch der Lebensmittelchemie zum Abschluß[1]). Das Kapitel Essig hat G. Reif bearbeitet, den Rechtsstoff über Essig H. Holthöfer, die Bedarfsgegenstände A. Beythien, die Geheimmittel C. Griebel. Es ist also den Herausgebern gelungen, auch für die einzelnen Kapitel dieses Bandes Mitarbeiter zu finden, die über ganz besondere Sachkenntnis und Erfahrung verfügen. Dadurch, daß der 9. Band Ergänzungen zu den Bänden I bis VIII bringt, ist das ganze Werk auf den neuesten Stand gebracht. Diese Ergänzungen machen weit mehr als die Hälfte des umfangreichen Bandes aus und gehören zu 28 verschiedenen Kapiteln, die hier nicht alle aufgezählt werden können. Nachträge für die Gesetzgebung und das Generalsachverzeichnis zu dem Gesamtwerk bilden den Abschluß des Bandes und damit des ganzen Handbuchs.

Jedem deutschen Lebensmittelchemiker wird dieses Werk von großem Nutzen sein, es wird bald in jedem lebensmittelchemischen Laboratorium zu finden sein. Herausgeber und Verlag dürfen stolz darauf sein, daß es ihnen gelungen ist, das Werk trotz des Krieges zu vollenden.

A. Beythien, Laboratoriumsbuch für den Lebensmittelchemiker. 3., verbesserte und ergänzte Auflage. XXIV, 624 Seiten mit 15 Abbildungen. Verlag von Theodor Steinkopff, Dresden und Leipzig 1942. Preis geb. RM. 40.—.

Beythiens treffliches Laboratoriumsbuch für den Lebensmittelchemiker ist an dieser Stelle[2]) wiederholt gewürdigt worden. Es ist auch in der nun vorliegenden dritten Auflage im Grunde unverändert geblieben. Die Neubearbeitung beschränkt sich auf die Ausmerzung veralteter Arbeitsweisen und ihren Ersatz durch neuere, bessere und einfachere Methoden. Außerdem sind die inzwischen erlassenen zahlreichen einschlägigen Gesetze und Verordnungen, die Runderlasse und Verfügungen

[1]) Vgl. diese Ztschrft. **93**, 48 (1933); **96**, 223 (1934); **101**, 119 und 442 (1935); **106**, 225 (1936); **113**, 296 (1938); **115**, 454 (1938/39); **117**, 74 (1939); **120**, 353 (1940); **121**, 225 (1941). — [2]) Vgl. diese Ztschrft. **84**, 140 (1931); **118**, 132 (1939/40).

der Ministerien ebenso wie die Anordnungen der Fachschaften berücksichtigt worden. Trotzdem hat der Umfang nur um etwa 1½ Bogen zugenommen. Das Buch ist für den deutschen Lebensmittelchemiker unentbehrlich.

W. Ziegelmayer, Unsere Lebensmittel und ihre Veränderungen. Mit einer Darstellung der Lehre von der Kochwissenschaft. Mit zahlreichen Versuchen für Kurse und Unterricht. Dritte, erweiterte Auflage. XVI, 418 Seiten mit 87 Abbildungen und 75 Tabellen. Verlag von Theodor Steinkopff, Dresden und Leipzig 1942. Preis geb. RM. 13.50.

Der vor noch nicht zwei Jahren erschienenen zweiten Auflage dieses für Ernährungsfragen so bedeutungsvollen Buches[1]) ist jetzt die dritte Auflage gefolgt. Diese weist keine grundlegenden Änderungen auf, da die Absicht des Verfassers, die wissenschaftliche Seite etwas mehr auszugestalten, infolge der Zeitverhältnisse nicht hat zur Ausführung gelangen können. Als Anhang bringt die neue Auflage die Rede über „Kochwissenschaft und Volksernährung", die der zum Direktor des neu gegründeten Instituts für Kochwissenschaft in Frankfurt a. M. ernannte Verfasser bei der Eröffnung dieses Instituts am 31. Oktober 1941 gehalten hat. Das Buch wendet sich an einen großen Leserkreis, an Ärzte, Chemiker, Fach- und Frauenschulen, Verpflegungsbeamte und Verpflegungstechniker der Gemeinschaftsverpflegung, Krankenanstalten und Diätküchen, Landwirtschaft und Nahrungsmittelindustrie. R. Fresenius.

Untersuchung von Ölen, Fetten und Ölsamen. A. J. Swaving[2]) weist den Wert der Fettbestimmungsmethode nach Werner Schmid[3])-Stefan Bondzyński[4]) bzw. E. Ratzlaff[5]) gegenüber der Ansicht von D. Florentin[6]) nach. Nach Versuchen von van de Bunt erleidet Fett durch die Behandlung mit konz. Salzsäure keine Gewichtseinbuße.

An Hand von dilatometrischen Fettstoffuntersuchungen im Anschluß an die Untersuchungen von W. Normann[7]) gibt K. Hofgaard[8]) einen Überblick über die Polymorphie der Triglyceride. Bei Aufstellung eines Volumen-Temperatur-Diagramms machen sich oft isotherme Volumänderungen bemerkbar. Ein dem Glaszustand ähnlicher Zustand und ferner die Ausbildung von Schichtkrystallen konnten festgestellt werden. Im allgemeinen konnte aber das Volumen fester Triglyceridgemische nach der Mischungsregel aus dem Volumen der Bestandteile in festem Zustand und der Zusammensetzung des Gemisches berechnet werden. Es werden Beziehungen zwischen Volumen, Verseifungszahl und Jodzahl erfaßt, die Menge der festen Phasen wird annäherungsweise berechnet.

---

[1]) Vgl. diese Ztschrft. **122**, 141 (1941). — [2]) Lait **19**, 573 (1939); durch Chem. Zentrbl. **110**, II, 2292 (1939). — [3]) Vgl. diese Ztschrft. **30**, 728 (1891). — [4]) Vgl. diese Ztschrft. **71**, 313 (1927). — [5]) Vgl. diese Ztschrft. **71**, 313 (1927); **78**, 156 (1929). — [6]) Ann. falsific. **31**, 351 (1938); vgl. diese Ztschrft. **118**, 184 (1939/40). — [7]) Chem. Umschau Fette, Öle **38**, 22 (1931). — [8]) Ingeniøren **48**, K 1 (1939); durch Chem. Zentrbl. **110**, II, 2988 (1939).

Zur Vereinfachung der kontinuierlichen Extraktionsmethode für die Bestimmung des Unverseifbaren empfiehlt R. H. Rogers jun.[1]), das Waschen des Petrolätherauszuges zu unterlassen.

Eine neue Jodzahlbestimmungsmethode für Öle und Fette empfiehlt G. Scotti[2]). Danach werden 0,2—0,8 *g* Öl oder Fett im Jodzahlkolben in 10—15 *ccm* Benzol gelöst und unter Umschwenken zuerst mit 25—35 *ccm* einer 25%igen Lösung von Jod in Benzol und dann mit 9 *ccm* einer 10%igen Lösung von Quecksilberacetat in Eisessig versetzt. Nach 10 Min. langem Stehen gibt man 20 *ccm* 20%ige Kaliumjodatlösung hinzu, schüttelt kräftig um, verdünnt mit 50—100 *ccm* Wasser und titriert den Jodüberschuß mit 0,1 n-Thiosulfatlösung gegen 1%ige Stärkelösung (Verbrauch = n *ccm*). Werden beim blinden Versuch N *ccm* verbraucht, so berechnet sich die Jodzahl nach der Formel:

$$\frac{(N - n) \times 1{,}2693}{\text{Einwage}}.$$

Die Jodadditionszahl von Fetten behandelt N. Schoorl[3]). Der Verfasser vergleicht das Verfahren von H. P. Kaufmann mit dem von L. W. Winkler und kommt bei Mandel- und Sesamöl zu befriedigenden Ergebnissen. Bei Leinöl ergibt das Verfahren von Kaufmann etwas höhere, bei Lebertran dagegen bedeutend niedrigere Ergebnisse als das von Winkler. Für das Arzneibuch empfiehlt der Verfasser die Beibehaltung der Winklerschen Methode.

Photochemische Studien über die Ranzidität veröffentlicht M. R. Coe[4]). Es wird die Bestimmung der Haltbarkeit eines Öles oder Fettes mit Hilfe der „Chlorophyllzahl" erörtert. Diese zeigt die Entwicklung der Ranzidität an. Bei Zusatz einer bestimmten Menge Öl zu der Chlorophyllösung entsteht rote Fluorescenz im ultravioletten Licht. Je größer die Ölmenge ist, die man zusetzen muß, desto weiter ist die Ranzidität fortgeschritten, bzw. desto schneller wird das Öl ranzig werden.

Einen Apparat zur Bestimmung der Schmelztemperatur von Fetten beschreibt B. Brauer[5]). Der Apparat besteht aus einem in ein Glasröhrchen eingeschmolzenen Draht, der in Quecksilber taucht, und einer 6 Volt-Batterie, mit der Quecksilber und Draht verbunden sind. Eine Vertiefung im Röhrchen dient zum Anbringen einiger Tropfen des Fettes am Drahtende, wodurch der Strom unterbrochen wird. Zuerst wird mit Eis gekühlt. Beim langsamen Erwärmen im Wasserbad schmilzt darauf das Fett, der Strom schließt sich und ein eingeschaltetes Lämpchen leuchtet auf.

Zur Bestimmung des Luftgehaltes in schaumigen Back-

[1]) Oil and Soap **16**, 127 (1939); durch Chem. Zentrbl. **110**, II, 3357 (1939). — [2]) Olii minerali, Grassi Saponi, Colori Vernici **18**, 96 (1938); durch Chem. Zentrbl. **110**, II, 4127 (1939). — [3]) Pharmac. Weekbl. **76**, 1295 (1939); durch Chem. Zentrbl. **110**, II, 4127 (1939). — [4]) Oil and Soap **16**, 146 (1939); durch Chem. Zentrbl. **111**, I, 953 (1940). — [5]) Öl- und Fett-Ind. (russ.) **15**, (Nr. 3) 27 (1939); durch Chem. Zentrbl. **111**, I, 1290 (1940).

fetten verfahren C. A. Coffey und H. T. Spannuth[1]) folgendermaßen: Ein Würfel (2 *ccm*) des Backfettes wird in 50 *ccm* 95%igen luftfreien Alkohol oder, falls er darin schwimmt, in absolutes Methanol von 20° gebracht. Unter Umschwenken wird luftfreies Wasser zugetropft, bis die Probe weder steigt noch fällt. Man berechnet dann:

$$\text{Vol.-\% Luft} = \frac{(0{,}912 - \text{Dichte des verdünnten Alkohols}) \times 100}{0{,}912}.$$

Der Wert 0,912 entspricht der mittleren Dichte von schaumigen Backfetten. Bei Cocosfett ist besonders schnelle Ausführung nötig, da es in Alkohol etwas löslich ist.

A. Sinowjew[2]) bestimmt die Aktivität von Nickelkatalysatoren bei der Hydrierung von Ölen, indem er die Abnahme der Jodzahl während der Behandlung von 600 *g* Öl mit einem Wasserstoffstrom von 4 *l*/Min. bei 200° ermittelt. Den Katalysator bildet Nickel (0,25% des Ölgewichtes), das man aus Nickelformiat gewinnt. Die Proben zur Jodzahlbestimmung nimmt man im Abstand von etwa 6 Min. mit Hilfe eines Gummischlauches. Nach 2 Stdn. ermittelt man den endgültigen Wert.

H. Blin[3]) stellt eine Verfälschung von Olivenölen an dem Auftreten von bestimmten Farben fest, die er erhält, wenn er 10 *ccm* Öl in einer Porzellanschale mit 0,5 *ccm* rauchender Salpetersäure bis zum Auftreten von Schaum erhitzt, 5 *ccm* alkoholische, 2,5%ige Silbernitratlösung zusetzt und weiter erhitzt.

Zum Nachweis von Aprikosenkernöl in Mandelöl verfahren G. B. Martinenghi und G. Guadalupi[4]) wie folgt: In zwei Glasstopfenzylinder werden je 5 *ccm* des mit Bleicherde entfärbten und bei 50° klar filtrierten Öles gegeben, mit 1 *ccm* eines Säuregemisches aus 2 Teilen Schwefelsäure (D 1,54) und 1 Teil konz. Salpetersäure versetzt und 15 Sek. lang kräftig geschüttelt. Orangefärbung zeigt Gegenwart von Aprikosenkernöl an. Zur quantitativen Bestimmung vergleicht man mit in gleicher Weise behandelten Gemischen von Aprikosenkern- und Mandelöl bekannter Zusammensetzung.

Eine vereinfachte Methode zur Bestimmung der Wärmedenaturierung von Eiweißstoffen der Ölsamen gibt W. G. Leitess[5]) an. Zur Bestimmung der löslichen Eiweißverbindungen werden 5 *g* des durch ein 900-Maschensieb gesiebten Materials mit 15 *ccm* destilliertem Wasser 10 Min. quellen gelassen. Nach Vermischen mit 5 *ccm* 4%iger Natronlauge läßt man 1 Stde. stehen, füllt auf 100 *ccm* auf und filtriert. In 10 *ccm* Filtrat bestimmt man den Stickstoff und berechnet das Verhältnis zum ursprünglichen Stickstoffgehalt.

Hanna Schmidt.

---

[1]) Oil and Soap **16**, 158 (1939); durch Chem. Zentrbl. **111**, I, 1290 (1940). — [2]) Öl- und Fett-Ind. (russ.) **15**, (Nr. 3) 10 (1939); durch Chem. Zentrbl. **111**, I, 1443 (1940). — [3]) Matières grasses-Pétrole Derivés **31**, 128 (1939); durch Chem. Zentrbl. **111**, I, 151 (1940). — [4]) Olii mineral., Olii Grassi, Colori Vernici **19**, 7 (1939); durch Chem. Zentrbl. **110**, I, 4134 (1939). — [5]) Öl- und Fett-Ind. (russ.) **14**, 15, Colloid. Journ. (russ.) **4**, 611 (1938); durch Chem. Zentrbl. **110**, II, 1601 (1939).

2. Auf Handel, Industrie und Landwirtschaft bezügliche Methoden.

Von

R. Fresenius. Edith Kroupa.

Literatur. R. Weihrich, Die chemische Analyse in der Stahlindustrie. Dritte, umgearbeitete und erweiterte Auflage. XVI, 244 Seiten mit 27 Abbildungen. Verlag von Ferdinand Enke, Stuttgart 1942. Preis geb. RM. 19.60.

Das Buch erscheint als Band 31 der von W. Böttger herausgegebenen Sammlung „Die Chemische Analyse". Gegenüber der zweiten Auflage[1]) weist die jetzt vorliegende dritte Auflage manche Änderung und Erweiterung auf. Der Umfang des Buches ist infolgedessen von 208 auf 244 Seiten gestiegen, der Preis ist aber derselbe geblieben. Die neu eingefügten Abschnitte behandeln die qualitative Untersuchung von Stahl, die Bestimmung von Zinn, Blei, Beryllium, Uran, Cer, Thorium, Bor und Wasserstoff in Stahl, ferner die Ferrolegierungen von Beryllium, Uran, Cer und Bor, die Untersuchung von Schlacken und die mikroanalytische Untersuchung von Stahl. Schließlich findet sich jetzt auch ein heute sicher besonders willkommenes Kapitel über die Aufarbeitung von Silber-, Jod- und Molybdänrückständen. Das Buch sollte in keinem Laboratorium fehlen, das Stahluntersuchungen auszuführen hat. R. Fresenius.

Über eine colorimetrische Mikromethode zur Bestimmung von Zink berichtet W. L. Lott[2]). Das Verfahren wurde zur Zinkbestimmung in Böden und Pflanzen ausgearbeitet, da andere Methoden für die in Frage kommenden Mengen von 0,05—1,0 *mg* nicht befriedigten. Für die Abtrennung des Zinks aus dem Probematerial dagegen wurden Angaben früherer Autoren verwendet. Bei Untersuchung von Böden wird das Zink durch Aufschluß mit Pyrosulfat in Lösung gebracht und mit Schwefelwasserstoff abgetrennt. Pflanzenmaterial verascht man bei 450—500°, extrahiert den Rückstand mit Salzsäure oder schließt mit Pyrosulfat auf und isoliert das Zink ebenfalls mit Schwefelwasserstoff. Die Abscheidung des Zinks erfolgt dann nach Lösen des Sulfids in Salzsäure mit Hilfe von 5-Nitrochinaldinsäure, einer schwach gelben Verbindung, die aber durch Reduktion mit ZinnII-chlorid eine intensive, colorimetrisch auswertbare Färbung ergibt. Als Fällungsreagens dient eine Lösung von 0,75 *g* 5-Nitrochinaldinsäure [aus Chinaldinsäure nach E. Besthorn und J. Ibele[3]) hergestellt und aus Wasser umkrystallisiert; nach Trocknen bei 105° enthält die Verbindung 2 Moleküle Krystallwasser] in 100 *ccm* 95%igem Äthylalkohol, von der 1 *ccm* etwa 1 *mg* Zink entspricht.

Zur Fällung des Zinks wird ein aliquoter, 0,05—1,0 *mg* Zink enthaltender Teil der Lösung in einem 30 *ccm* fassenden Becherglas auf 5—10 *ccm* gebracht, mit 1 Tropfen Methylrotlösung (0,1 *g* Methylrot in 100 *ccm* 95%igem Alkohol gelöst) versetzt und mit 3 n-Ammoniak eben alkalisch gemacht. Man säuert mit 50%iger Essigsäure gerade wieder

[1]) Vgl. diese Ztschrft. **116**, 283 (1939). — [2]) Ind. Eng. Chem. Analytical Edition **10**, 335 (1938). — [3]) Ber. Deutsch. Chem. Ges. **39**, 2329, 2333 (1906).

deutlich an (1—2 Tropfen), erhitzt fast zum Sieden und versetzt mit einem leichten Überschuß an Reagenslösung. Ohne zu kochen läßt man nun in der Hitze 30 Min. stehen, trennt den Niederschlag mit Hilfe eines Asbestfilterstäbchens ab und wäscht Becherglas und Filter 5mal mit kochend heißem Wasser nach. Nach Lösen des Niederschlages in 5 *ccm* heißer salzsaurer ZinnII-chloridlösung [12,5 *g* $SnCl_2 . 2 H_2O$ wurden in 100 *ccm* Salzsäure (D 1,21) gelöst, worauf man auf 500 *ccm* verdünnte und zur Konservierung etwas metallisches Zinn zusetzte] erhitzt man zum Sieden, filtriert gegebenenfalls von Asbestteilchen ab und bringt auf Zimmertemperatur. Anschließend wird im Colorimeter mit Standardversuchen verglichen, die auf gleiche Weise mit bekannten Zinkmengen erhalten wurden, wobei Temperaturgleichheit beider Lösungen für ein einwandfreies Ergebnis unerläßlich ist. Bei Verwendung eines photoelektrischen Colorimeters ist die Anlegung einer Eichkurve (abgelesene Mikroampère als Ordinaten und zugehörige Zinkwerte als Abscissen) sehr vorteilhaft, da man die jeweilige Durchführung der Standardversuche spart. 0,2—0,5 *mg* Zink wurden nach dem Verfahren mit einer maximalen Abweichung von 1,5% wiedergefunden.

Das Zinksalz der 5-Nitrochinaldinsäure ist in starken Säuren leicht löslich. Der Verfasser konnte aber durch eingehende Versuche feststellen, daß bei einem p_H-Wert zwischen 2,5 und 8,0, wie er sich bei Einhaltung der Vorschrift ergibt, keine Störungen zu befürchten sind. Auch die zur quantitativen Fällung erforderliche Zeit wurde in systematischen Versuchen ermittelt. Der angewendete Reagensüberschuß ist ohne Einfluß auf die Ergebnisse, da keine Adsorption am Niederschlag eintritt. An anderen Metallen stören Silber, Blei, Quecksilber, Kupfer, Eisen, Mangan, Kobalt und Nickel, die ebenfalls in schwach saurer Lösung Fällungen ergeben. Daher ist das Zink vor seiner Bestimmung von diesen Ionen zu trennen, was wie erwähnt mit Schwefelwasserstoff geschehen kann. Höhere Ammoniumchloridkonzentrationen (über 0,7 n) und ähnliche Mengen Natriumchlorid erschweren bzw. verhindern die quantitative Fällung; dieser Umstand ist im Arbeitsgang zu berücksichtigen. Zwar wird die Farbintensität durch die Säurekonzentration beeinflußt, aber in einem Bereich zwischen 0,24 und 0,84 n fällt dies nicht merklich ins Gewicht. Die bei der Methode durch Lösen des Niederschlages in der salzsauren ZinnII-chloridlösung und durch das für die Ablesungen erforderliche Verdünnen sich ergebende Normalität von 0,24 stellt daher einen günstigen Wert dar. Wie erwähnt ist die Temperatur der Lösung während der Ablesung von großer Bedeutung, weil die Farbintensität in der Wärme bedeutend zunimmt. Die ZinnII-chlorid-Konzentration zeigt zwischen 0,075 und 0,4% (bezogen auf $SnCl_2 . 2 H_2O$) keinen Einfluß. Sehr günstig ist auch die Tatsache, daß die Färbung sehr beständig ist und sich im Lauf von 24 Stdn. nicht verändert. Die Wellenlänge des absorbierten Lichtes liegt zwischen 4000 und 6000 Å, so daß Filter, die violettes, blaues und grünes Licht entsprechender Wellenlänge durchlassen, verwendet werden können. Bei einem höheren Zinkgehalt, etwa 2 *mg*, ist zur Ablesung unbedingt ein stärkeres Verdünnen der gefärbten

Lösung erforderlich, was zwecks Vermeidung von Hydrolyseerscheinungen aber unter Zusatz von weiteren 5 *ccm* der salzsauren Zinnlösung zu erfolgen hat. Edith Kroupa.

Über das Ergebnis des Preisausschreibens der Auerforschungsstiftung[1]) kann nunmehr folgendes mitgeteilt werden.

Zu der ersten Preisaufgabe „Der Wirkungsgrad des Gasglühlichtes ist zu erhöhen" sind 12 Einsendungen eingelaufen. Eine Arbeit wurde mit einem Preis von RM. 5000.— ausgezeichnet, eine zweite mit einem Preis von RM. 2000.—; außerdem erhielten vier weitere Arbeiten eine Anerkennung von je RM. 750.—.

Zu der zweiten Preisaufgabe „Die technischen Einrichtungen der bekannten Gasleuchten (einschließlich der Glühkörper) sind zu verbessern" sind drei Einsendungen eingegangen. Eine Arbeit erhielt eine Anerkennung von RM. 1000.—, die beiden anderen Arbeiten wurden zur Anerkennung mit je RM. 750.— bedacht.

Zu der dritten Preisaufgabe „Für Thorium oder Thoriumverbindungen ist ein neues wirtschaftlich wertvolles Anwendungsgebiet zu finden" sind 11 Einsendungen eingelaufen. Eine Arbeit erhielt einen Preis von RM. 5000.—, zwei weitere bekamen einen solchen von je RM. 2000.—, eine vierte Arbeit erhielt einen Preis von RM. 1500.—. Außerdem wurden drei weitere Arbeiten mit RM. 1000.—, RM. 750.— bzw. RM. 500.— prämiiert.

Zu der vierten, analytischen Preisaufgabe „Für Thorium ist ein schnellanalytisches Mikro-Bestimmungsverfahren zu finden, bei dem die Anwesenheit von anderen seltenen Erden nicht stört. — Eine Meßgenauigkeit von etwa 1 Gewichtsprozent wird gefordert", auf die an dieser Stelle[2]) besonders hingewiesen worden ist, sind nur drei Einsendungen zu verzeichnen. Von diesen konnte nur einer Arbeit eine Anerkennung von RM. 750.— zugesprochen werden. Von der Verteilung eines Preises mußte Abstand genommen werden, da in keinem Fall die gestellte Aufgabe gelöst worden war.

Schließlich gingen außerhalb des Preisausschreibens drei Einsendungen ein, die sich auf das Arbeitsgebiet des Freiherrn Carl Auer von Welsbach bezogen. Eine dieser Arbeiten wurde mit einer Anerkennung von RM. 500.— bedacht, während die beiden anderen Arbeiten zusammen RM. 500.— erhielten.

In der nächsten Zeit soll ein neues Preisausschreiben der Auerforschungsstiftung bekanntgegeben werden. R. Fresenius.

3. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Von

P. Kainrath.

Zur Bestimmung von Campher in alkoholischen Lösungen nach der Dinitrophenylhydrazinmethode haben E. M. Plein und Ch. F. Poe[3]) eine neue Vorschrift erprobt.

[1]) Vgl. diese Ztschrft. **121**, 160 (1941). — [2]) Vgl. diese Ztschrft. **121**, 137 (1941). — [3]) Ind. Eng. Chem. Analytical Edition **10**, 78 (1938).

Da bei der bekannten offizinellen Methode der Bestimmung des Camphers in alkoholischen Lösungen (U. S. Pharmacopeia XI) Schwierigkeiten auftreten und die Werte auch nicht immer zuverlässig sind, wurde eine neue Arbeitsvorschrift ausgearbeitet. Sie verhindert das häufig festgestellte Auskrystallisieren des Fällungsmittels (Dinitrophenylhydrazin) mit dem gebildeten Dinitrophenylhydrazon sowie das Wegsublimieren des Camphers, der sich so der Bestimmung entzieht; außerdem wird die Beständigkeit der Reagenslösung auf mehrere Wochen erhöht.

3,75 *g* 2,4-Dinitrophenylhydrazin werden in einem warmen Gemisch von 45 *ccm* konz. Schwefelsäure und 45 *ccm* Wasser gelöst. Nach dem Erkalten füllt man auf 250 *ccm* auf und filtriert nötigenfalls. Zur Bestimmung bringt man 2 *ccm* der alkoholischen Campherlösung in einen 300 *ccm*-Erlenmeyerkolben, der 15 *ccm* 95%igen Alkohol enthält, und erwärmt nach Zugabe von 15 *ccm* der Reagenslösung 4 Stdn. auf dem siedenden Wasserbad am Rückflußkühler. Nach dem Erkalten setzt man 200 *ccm* Wasser zu und läßt 24 Stdn. absitzen. Der Niederschlag wird in einen getrockneten und gewogenen Goochtiegel abgesaugt und mit kaltem destillierten Wasser gewaschen, bis das Waschwasser gegen Lackmuspapier neutral reagiert. Schließlich trocknet man bei 100° bis zur Gewichtskonstanz. Durch Multiplikation der Auswage mit 22,9 erhält man die Menge Campher in 100 *ccm* der Lösung. Diesem Wert fügt man als Korrektur noch 0,2% hinzu. P. Kainrath.

Die Bestimmung kleiner Mengen Phenolphthalein in Gegenwart von Emodin und Chrysophansäure geschieht nach Eugenia H. Maechling[1]) durch Oxydation der alkalischen Lösung mit Wasserstoffsuperoxyd und Schmelzen der entstandenen Phthalsäure mit Resorcin, wobei Fluorescein gebildet wird. Diese Bestimmung ist von Bedeutung, da Abführmittel neben Oxyanthrachinonen häufig auch Phenolphthalein enthalten. Bei der Untersuchung von Produkten pflanzlicher Herkunft ist es jedoch notwendig, zuvor von Dicarbonsäuren, wie Oxal-, Malon-, Citronen- und Bernsteinsäure, zu trennen, da diese bei der Resorcinschmelze ebenfalls fluorescierende Stoffe ergeben.

Zur Untersuchung suspendiert man 0,5—1 *g* der gepulverten Probe in 20 *ccm* frisch bereiteter Natriumbicarbonatlösung und schüttelt einmal mit 25 und zweimal mit je 15 *ccm* Äther aus. Der Ätherauszug wird mit Wasser gewaschen und zur Trockne verdampft. Den Rückstand löst man in 20 *ccm* 10%iger Kalilauge und setzt unter mäßigem Kochen bis zur Entfärbung 30%iges Wasserstoffsuperoxyd zu. Nach dem Erkalten wird von einem etwaigen Niederschlag abfiltriert und die Lösung unter Eiskühlung mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert. Man schüttelt wie vorher mit Äther aus und dampft nach dem Waschen ein. Der Rückstand wird mit überschüssigem Resorcin 20 Min. im Metallbad auf 160—200° erwärmt oder aber 5 Min. über kleiner Flamme gekocht. Die Schmelze löst man in 5 *ccm* Kalilauge und verdünnt mit Wasser. Je nach der Menge Phenolphthalein wird eine mehr oder weniger starke grüne Fluorescenz beobachtet. Es können 5—10 γ Phenolphthalein nachgewiesen werden. P. Kainrath.

[1]) Ind. Eng. Chem. Analytical Edition **10**, 586 (1938).

Seite

IV. Spezielle analytische Methoden.

1. Auf Lebensmittel und Gesundheitspflege bezügliche.

Literatur (A. Bömer, A. Juckenack, J. Tillmans. E. Bames, B. Bleyer, J. Großfeld. H. Holthöfer. A. Beythien. C. Griebel. W. Ziegelmayer) 457

Öle, Fette, Ölsamen (A. J. Swaving. W. Normann. K. Hofgaard. R. H. Rogers jun. G. Scotti. N. Schoorl. M. R. Coe. B. Brauer. C. A. Coffey und H. T. Spannuth. A. Sinowjew. H. Blin. G. B. Martinenghi und G. Guadalupi. W. G. Leitess) 458

2. Auf Handel, Industrie und Landwirtschaft bezügliche Methoden.

Literatur (R. Weihrich) 461

Colorimetrische Mikrobestimmung von Zink (W. L. Lott. E. Besthorn und J. Ibele) 461

Ergebnis des Preisausschreibens der Auerforschungsstiftung . . . 463

3. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Bestimmung von Campher (E. M. Plein und Ch. F. Poe) 463

Bestimmung von Phenolphthalein (Eugenia H. Maechling) . . 464

Geschlossen am 6. April 1943.

Ferner sind folgende Originalabhandlungen eingegangen:

Schulek, E. und **Rózsa, P.**, Beiträge zur quantitativen Bestimmung des α-Tocopherols, des 2,3,5-Trimethyl-6(-3-oxy-3,7,11,15-tetramethyl-hexadecyl)-p-benzochinons („Tocopherochinons") und des Acetyl-α-tocopherols, insbesondere des letzteren in öliger Lösung (eingel. 13. 3. 43).

Pfeiffer, H., Eine colorimetrische Bestimmung von Eisen in Chrombädern (eingel. 15. 3. 43).

Bielenberg, W. und **Kühn, K.**, Über die Anwendung eines elektrometrischen Verfahrens zur quantitativen Bestimmung von Oxybenzolen (eingel. 15. 3. 43).

Dravnieks, A., Die polarographische Schnellbestimmung von Blei, Kobalt und Mangan in Firnissen und Lacken (eingel. 16. 3. 43).

Ruziczka, W., Beitrag zur jodometrischen Bestimmung organischer Säuren und Hydrolysate (eingel. 25. 3. 43).

Klatt, W. und **Dozinel, Ch.**, Der Einfluß von Ammoniumchlorid auf die Manganwerte bei der Eisen- und Manganbestimmung (eingel. 26. 3. 43).

Eegriwe, E., Reaktionen und Reagenzien zum Nachweis organischer Verbindungen VI (eingel. 1. 4. 43).

Grote, F., Die adsorptiven Eigenschaften des Bleichromats und ihre Auswirkung auf die analytische Bestimmung des Bleis als Bleichromat (eingel. 2. 4. 43).

Strebinger, R., Ein Brenner für mikrochemisches Arbeiten (eingel. 6. 4. 43).

Chemisches Laboratorium Fresenius zu Wiesbaden.

Abteilung Unterricht.

Private Fachschule für die Ausbildung von Chemotechnikern und Chemotechnikerinnen.

Der durch Ministerialerlaß vom 19. März 1931 genehmigte Lehrplan der Fachschule sieht ein zweijähriges Studium vor; das Bestehen der unter staatlicher Aufsicht stattfindenden Abschlußprüfung verleiht die Berechtigung zur Berufsbezeichnung „Chemotechniker(in)". Das Sommersemester beginnt am 24. April, das Wintersemester am 15. Oktober.

Ferienkurse für Hochschulstudierende.

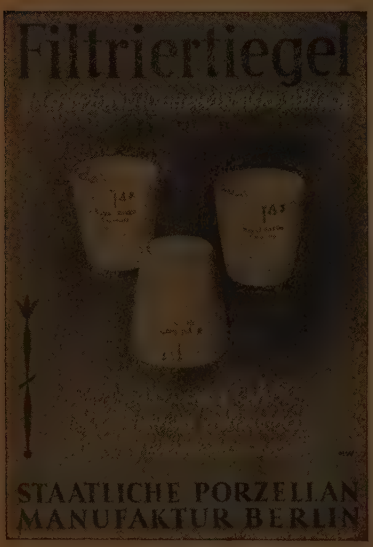
Diese Kurse ermöglichen sowohl die Einführung in bestimmte Gebiete der analytischen und präparativen Chemie als auch die Fortführung anderwärts begonnener Arbeiten. Sie finden statt in der Zeit vom 16. März bis 20. April und vom 25. August bis 10. Oktober.

Sonderkurse in analytischer Chemie.

Die Kurse bezwecken, auch denjenigen Interessenten, die sich nicht in einer fest umrissenen chemischen Berufsausbildung befinden, die Möglichkeit zu einer Einführung in die Chemie, insbesondere in die analytische Chemie, im Rahmen der Ausstattung des Laboratoriums zu geben. Der Eintritt kann jederzeit erfolgen, soweit Arbeitsplätze vorhanden sind und das Ausbildungsziel ein derartiges Vorgehen zuläßt. Darüber hinaus finden erfahrene Chemiker Gelegenheit zur Vornahme selbständiger wissenschaftlicher und technischer Untersuchungen. Das Laboratorium hat die Berechtigung zur praktischen Ausbildung von Nahrungsmittelchemikern für die Hauptprüfung.

Ausführliche Drucksachen über alle Unterrichtsmöglichkeiten des Laboratoriums sowie das Vorlesungsverzeichnis werden Interessenten gern unentgeltlich übersandt.

Wiesbaden, im April 1943. **Professor Dr. R. Fresenius.**



W. C. Heraeus G.m.b.H.
Berlin W 62
Wittenbergplatz 1

Älteste Quarzglasschmelze Deutschlands

ROTOSIL

das undurchsichtige Quarzglas für die Industrie

Säurefest, hitze- u. temperaturwechselbeständig, vollkommen poren- und blasenfreie Innenschicht, größtmögliche Haltbarkeit

GERÄTE UND ROHRE AUS ROTOSIL

für die chemische und elektrotechnische Industrie

Verantwortlich f. d. Textteil: Dr. R. Fresenius, Wiesbaden; f. d. Anzeigenteil: Albert Meyer, Berlin-Steglitz, Kühlebornweg 5. Pl. 3. Druck von Carl Ritter & Co., Wiesbaden. Verlag von J. F. Bergmann, München. Printed in Germany.

Namen- und Sachverzeichnis

zum 125. Band.

Namenverzeichnis.

(Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen.)

Abrahamczik, E. und Blümel, F. Halogen-Mikrobestimmung in organischen Substanzen 34.

Adair, G. S. siehe Taylor, G. L.

Adair, Muriel E. siehe Taylor, G. L.

Adkins, H. siehe Covert, W.

Afferni, E. Bestimmung der Wirksamkeit von Invertasen 236.

Agruss, M. S. siehe Henderson, L. M.

Alber, H. K. und Rodden, C. J. Mikroanalyse gefärbter Flecke und krystalliner Einschlüsse in Seifenriegeln 316.

Albrecht, Renate und Bast, H. Zum qualitativen Nachweis der Kieselsäure und der Flußsäure mit Hilfe der Tetrafluorid- und der Öltropfenprobe 321.

Alexa, V. siehe Murgulescu, I. G.

Amdur, E. siehe Kolthoff, I. M.

Andes, R. V. siehe Dawson, L.

Andreß, K. Meßgeräte für die technische Gasanalyse 75.

Anossow, F. Ja., Dundur, Je. I. und Firssowa, Je. S. Bestimmung des Arsens in Eisenerzen 112.

Arndt, F. und Neumann, F. Methoxylbestimmung 202.

Arnold, C. und Mentzel, C. Colorimetrische Bestimmung von Formol 77.

Arnow, L. E. siehe Bernhart, F. W.

Audrieth, L. F. siehe Butler, M. J.

Auerbach, F. und Pick, H. Bestimmung freier Kohlensäure in Wasser 351, 369.

Auerforschungsstiftung. Ergebnis des Preisausschreibens „Gasglühlicht" und „Thorium und Thoriumverbindungen" 463.

Auzinger, A. Nachweis von Kunsthonig 216.

Ayers, G. W. siehe Henderson, L. M.

Baier, W. E. siehe Stevens, T. V.

Baillie, A., Macbeth, A. K. und Maxwell, N. I. Bestimmung von Tetranitromethan 56.

Balavoine, P. Anwendung der chromatographischen Adsorptionsanalyse auf Lebensmittel 225.

Baldeschwieler, E. L. und Wilcox, L. Z. Thermostatisches Bad für Viscositätsbestimmungen bei niedriger Temperatur 187.

Bames, E., Bleyer, B. und Großfeld, J. siehe Bömer, A., Juckenack, A. und Tillmans, J. Handbuch der Lebensmittelchemie 457 [L].

Barbière, J. siehe Jullig, Thérèse.

Barfoot, W. F. siehe Forsyth, R. P.

Barger, G. und Tutin, F. Nachweis von Aminosäuren 63.

v. Bari, S. Identifizierung von Diallyl- und Phenyläthylbarbitursäure sowie Äthylurethan nebeneinander 79.

Bartosiewicz, St. Z. Abkürzung der Bestimmungszeit der Mikromethode nach Kjeldahl 199.

Bartsch, O. Bestimmung des Schlackenangriffs nach dem Tiegelverfahren 143.

Bast, H. siehe Albrecht, Renate.

Bauer, G. (Heraeus). Aschebestimmung in Phosphor enthaltenden Stoffen 227.

Beach, N. M. siehe Olsen, A. G.

Beacham, L. M. Schnellbestimmung von Chloriden in Tomatenerzeugnissen 312. — Messung der Sandigkeit in eingemachten Birnen 312.

Beamish, F. E. siehe Seath, J.

Beater, B. E. Schnellbestimmung von P_2O_5 in Zuckerrohrsäften 232.

Beck, G. Mikronachweis von Europium in Gemischen seltener Erden 294. — Nachweis von Indium mit

Morin und von einigen Schwermetallen mit Kakothelin 295.
Beckel, A. Über die Buttersäurezahl 227.
Becker, E. und Kardos, R. F. Untersuchung von Honig auf Vitamin C 216.
Beerwald, A. Spektralanalytischer Nachweis geringer Berylliumkonzentrationen in Magnesiumlegierungen 44.
Behne, E. R. Analyse von Endbagasse 231.
Behr, G. Bestimmung der Stärke in getrockneten Kartoffeln 311.
Beitter, H. siehe Thaler, H.
Benedetti-Pichler, A. A. Mikronachweis von Elementen der Ammoniumsulfidgruppe 317.
Benedetti-Pichler, A. A. und Rachele, J. R. Trennung und Nachweis von Osmium und Ruthenium 195.
Benger, E. B. Jodometrische Bestimmung von Selenat 104.
Bengtsson, N. Bestimmung der Pentosane in nitrit- und nitrathaltigen Proben 298.
Bergmann, M. siehe Stein, W. H.
Bernhart, F. W., Arnow, L. E. und Bratton, A. C. Schnellmethode zur Dialyse von Protein 52.
Bernhauer, K. Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik, 2. Aufl. 296 [L].
Besthorn, E. und Ibele, J. Darstellung von 5-Nitrochinaldinsäure 461.
Beyer, K. Schnellbestimmung von Chloroform in Luft 225.
Beythien, A. Laboratoriumsbuch für den Lebensmittelchemiker, 3. Aufl. 457 [L]. — Siehe auch Bömer, A., Juckenack, A. und Tillmans, J. Handbuch der Lebensmittelchemie 457 [L].
Biltz, H. und Biltz, W. Ausführung quantitativer Analysen, 4. Aufl. 434 [L].
Biltz, W. siehe Biltz, H.
Birch, A. J. Nachweis und Bestimmung von α-Phellandren in ätherischen Ölen 57.
Birjukow, D. P. Refraktometrische Bestimmung der Trockensubstanzen in der Zwiebel 311.
Bleyer, B. siehe Bames, E.
Blin, H. Nachweis einer Verfälschung von Olivenölen 460.
Blom, A. V. Prüfung von Anstrichen auf Wetterbeständigkeit 143.
Blümel, F. siehe Abrahamczik, E.
Blumenthal, H. Fehlerquellen bei der maßanalytischen Eisenbestimmung nach Kessler-Reinhardt 435. — Siehe auch Schürmann, E.
Blumenthal, Ph. L. siehe Browning, Ph. E.
Bobayasi, S. und Kimura, K. Analyse der in geschmolzenem Stahl enthaltenen Gase 120.
Bömer, A., Juckenack, A. und Tillmans, J. Handbuch der Lebensmittelchemie. 9. Band. Essig, Bedarfsgegenstände, Geheimmittel. Ergänzungen zu Band I—VIII. Generalsachverzeichnis 457 [L].
de Boer, J. H. Nachweis von Fluorid mit Zirkonalizarinlack 333.
Böttger, St. siehe Spengler, O.
Böttger, W. Die chemische Analyse Bd. 31: R. Weihrich, Die chemische Analyse in der Stahlindustrie, 3. Aufl. 461 [L].
Bolliger, A. Über die Chemie der Jaffeschen Kreatininreaktion 61.
Borghi, M. Bestimmung der Zuckerarten in Schokoladen 234.
Bossin, A. G. und Iofan, S. S. Jodometrische Zinkbestimmung in Nahrungsmitteln 221.
Botset, H. G. Bestimmung von Wasser in Alkohol 298.
Bratton, A. C. siehe Bernhart, F. W.
Brauer, B. Apparat zur Bestimmung der Schmelztemperatur von Fetten 459.
Brecht, K. und Grundmann, G. Glykokollbestimmung in Nahrungsmitteln 214.
Brendel, C. siehe Spengler, O.
Brenner, A. Messung der Dicke von Zink- und Cadmiumüberzügen auf Stahl 120.
Brintzinger, H. Luftfreies Kohlendioxyd aus dem Kippschen Apparat für die Stickstoffbestimmung nach Dumas 5.
Brown, Ena L. und Campbell, N. Identifizierung von Alkylhalogeniden, Aminen und Säuren 62.
Brown, J. B. und Frankel, J. Eigenschaften und Bestimmung der Linolsäure 204.

Browning, B. L. Mikro-Extraktionsapparat und Mikroscheidetrichter 374. — Siehe auch Simerl, L. E.

Browning, Ph. E. und Blumenthal, Ph. L. Erkennung von Barium-, Strontium-, Calcium- und Bleisulfat 336.

Brukl, A. siehe Fresenius, R. und Jander, G. Handbuch der analytischen Chemie 433, 434 [L].

Bühne, W. Calorimetrische Bestimmung des Wärmeverlustes durch kleine Mengen unverbrannter Rauchgase 75.

Bürger, K. Aufbewahrung von metallischem Natrium 35.

Bunzelman, N. und Witenberg, R. Analytische Kontrolle der Herstellung von Dinitro-4,4'-stilbendisulfo-2,2'-säure (DNS) 207.

Buogo, G. und Maitilasso, Maria. Unterscheidung der Protidstickstoff-Fraktionen in Fleischextrakt und seinen Surrogaten 307.

Buogo, G. und Meduri, P. Bestimmung von Trimethylamin und Trimethylaminoxyd in Fischkonserven 309.

Butler, M. J., Smith, G. Frederick und Audrieth, L. F. Amidosulfosäure als Urtitersubstanz für die Acidimetrie 260.

Cade jun., G. N. siehe Townsend, F. E.

Callan, Th. P. siehe Toennies, G.

Campbell, N. siehe Brown, Ena L.

Campbell, W. C. und Hanna, Marion I. Verwendung von Katalysatoren bei der Bestimmung des Stickstoffs nach Kjeldahl 134.

Cândea, C. und Macovski, E. Farbreaktion für aromatische Amine 49.

Capdecomme, L. siehe Fouquet, R.

Căplescu, N. siehe Niculescu, M.

Carrez, C. Klärung von Lösungen organischer Substanzen 216, 218.

Castelliz, K. siehe Halla, F.

Catenacci, M. Konduktometrische Aschebestimmung in Rohzuckern 230.

Cayrol, P. siehe Genevois, L.

Čech, V. und Kámen, K. Colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen Diphenylin neben Benzidin 65.

Chakravarti, S. N. und Roy, M. B. Colorimetrischer Test für Novocain und primäre Amine 50.

Chambers, R., Kopac, M. J. und Grand, C. G. Mikromanipulator 317.

Chemiker-Fachausschuß des Metall und Erz e. V. Analyse der Metalle. I. Band: Schiedsverfahren 291 [L].

Chirnoagă, Eugenia siehe Irimescu, I.

Chlopin, N. Ja. und Pinskaja, Z. A. Potentiometrische Schnellbestimmung von Vanadin in hochlegierten Stählen, Gußeisen, Ferrolegierungen und Schlacken 111.

v. Cholnoky, L. Bestimmung der Farbstoffkomponenten im Gewürzpaprika 226. — Stufenphotometrische Bestimmung der Paprikafarbstoffe 226.

Christow, St. Photometrische Bariumbestimmung 278.

Cichocki, M. siehe Xiezopolski, K.

Clarke, B. L. und Hermance, H. W. Apparat zur Mikrosublimation 375.

Clarke, S. G. Prüfung galvanischer Zinküberzüge auf Eisen 140.

Clayton, J. S. siehe Stevenson, T. M.

Clever, H. siehe Heller, H.

Mc Cluer, W. B. und Fenske, M. R. Bestimmung der Viscosität 76.

Coe, M. R. Photochemische Untersuchung der Ranzidität 459.

Coffey, C. A. und Spannuth, H. T. Bestimmung des Luftgehalts in schaumigen Backfetten 460.

Conquest, V. siehe Turner, A. W.

Contzen, J. siehe Popp, M.

Costeanu, N. D. Mikronachweis und -bestimmung von Silber mit Reagenspapier 378.

Covert, W. und Adkins, H. Darstellung von Raneynickel als Katalysator 59.

Crooks jun., H. M. siehe Whitmore, F. C.

Curtman, H. R. und Primak, Wm. Umfällung von Silberrhodanid mittels Natriumchlorids 190.

Curtman, L. J. und Harris, B. R. Umfällung von Silberrhodanid mittels Natriumchlorids 190.

Daniel, K. Nachweis von Kieselsäure 322.

Darge, Ilse siehe Goehring, Margot.
Dargie, A. Rasche Bestimmung von Trichloräthylendämpfen in der Zimmerluft 65.
Das-Gupta, H. N. Gleichzeitige Bestimmung von Chlor, Stickstoff und Arsen in Organoarsenverbindungen 136.
Dawson, L. und Andes, R. V. Bestimmung von Kieselsäure und Eisenoxyd, Aluminiumoxyd, Titanoxyd und Vanadinoxyd in Portlandzement 153.
Dédek, J. und Ivancenko, Dm. Bestimmung der Proteïne in Zuckerrübensäften 233.
Dédek, J. und Schwarz, L. Kalkbestimmung in Zuckersäften 231.
Denigès, G. Mikroreaktion auf Chinin 384. — Mikro-krystalloskopischer Nachweis organischer Anionen durch ihre unlöslichen Silbersalze 210. — Unterscheidung und Charakterisierung von Normal- und Isopropylalkohol 299.
Deshusses, J. Bestimmung des Kaffees in Kaffeemischungen 312.
Diemair, W. und Fresenius, W. Untersuchung von Trockengemüsen 310.
Diemair, W. und Koch, J. Abspaltbare Schwefelverbindungen und ihre Bedeutung bei der Gemüsekonservierung 311.
Dietrich, K. Photometrische Schnellbestimmung von Chrom und Mangan in Stahl 112.
Diller, H. Nachweis kleinster Knochenteilchen in Wurst 309.
Dillon, R. T. siehe van Slyke, D. D.
Djatschkow, G. und Jermolowa, M. Titrimetrische Bestimmung von höheren Diolefinen 47.
Doehring, H. Bestimmung des Jods in organischen Substanzen 202.
Döring, Th. Über ein praktisch brauchbares Schnellverfahren zur Bestimmung des Siliciums in mittel- und hochprozentigem Ferrosilicium 168.
Mc Donald, J. A. Bestimmung der Gerbstoffe im Kakao 314.
Drägulescu, C. siehe Ripan, Raluca.
Dubourg, J. und Goldstein, M. Colorimetrische Bestimmung der reduzierenden Zucker 234.
Dundur, Je. I. siehe Anossow, F. Ja.
Dunn, M. S. und Loshakoff, A. Aminosäuretitration nach der Formolmethode 50.
Duquenois, P. und Faller, Mlle. Untersuchung und Bestimmung stickstoffhaltiger organischer Basen und Alkaloide mit Reineckesalz 54.
van Duyn, D. siehe Slooff, A.
Dykstra, V. siehe van Os, D.

Eegriwe, E. Reaktionen und Reagenzien zum Nachweis organischer Verbindungen 241.
Eitel, W., Schwiete, H. E. und Wilmanns, K. Bestimmung der Abbindewärme von Zement 152.
Ekkert, L. Identifizierung von Diallylbarbitursäure 80.
Elsner v. Gronow, H. Bestimmung der Mahlfeinheit mit dem Trübungsmesser 155.
Emanuele, F. Untersuchungsmethoden für Tomatenkonserven 312.
Emley, W. E. Bestimmung von freiem Calciumoxyd 42.
Emmerie, A. und Engel, Chr. Bestimmung von Vitamin E 213.
Engel, Chr. siehe Emmerie, A.
Erbacher, O. siehe Fresenius, R. und Jander, G. Handbuch der analytischen Chemie 433, 434 [L].
Erk, S. und Holzmüller, W. Messung der Härte von Kunstharzpreßstoffen 150.
Essential Oil Sub-Committee im Analytical Methods Committee. Bestimmung von Estern 300.
Eucken, A. Grundriß der physikalischen Chemie, 5. Aufl. 425 [L].

Fachgruppe für analytische Chemie des V. D. Ch. Einfluß von Kupfer auf die Eisentitration nach Kessler-Reinhardt 437.
Faessler, A. siehe Fresenius, R. und Jander, G. Handbuch der analytischen Chemie 433, 434 [L].
Falejew, P. W. Bestimmung geringer Mengen Kobalt in Gegenwart von großen Mengen Eisen 43.
Faller, Mlle. siehe Duquenois, P.
Fearon, W. R. Anwendungen der Nitroprussidreaktion und eine neue Strukturformel für Harnstoff 48.

Feddeler, W. Apparat zur Zündpunktbestimmung 72.
Fehlberg, E. R. siehe Olsen, A. G.
Fehling, R. siehe Rosin, P.
Feigl, F. siehe Leitmeier, H.
Feiser, J. Prüfung galvanischer Zinküberzüge auf Eisen 140.
Feldman, H. B. und Powell, A. L. Argentometrische Halogentitration 33.
v. Fellenberg, Th. Nachweis von Nickel in Fetten und anderen Lebensmitteln 305. — Bestimmung des Zuckerzusatzes in Gebäcken 220. — Über solaninhaltige Kartoffeln 225.
Fenske, M. R. siehe Mc Cluer, W. B.
Fiala, A. Titrimetrische Bestimmung von Citronensäure auf Grund der photochemischen Fällung der Acetondicarbonsäure 222.
Fincke, H. Bestimmung des Fettgehaltes der Rohstoffe und Erzeugnisse der Kakao- und Süßwarenindustrie 315. — Bestimmung des Gehaltes an Samenkernen in gebrannten Mandeln, Krokant und ähnlichen Zuckerwaren 383.
Fink, R. und Lechner, R. Bestimmung von reduzierendem Zucker 236.
Firssowa, Je. S. siehe Anossow, F. Ja.
Fischer, Hellmut, v. Unruh, A und Kurz, F. siehe Fresenius, R. und Jander, G. Handbuch der analytischen Chemie 433 [L].
Fischer, R. (Graz). Untersuchungen von Latschenkiefernöl 76.
Fischer, Robert. Schnellbestimmung von Coffein im Tee 314.
Fischer, W. M. Ausscheidung von Salzen aus übersättigten Lösungen 11, 21.
Flammer, H. Physikalisch-chemische Seifenanalyse 236.
Folin, O. und Wu, H. Bestimmung von Proteinen 233.
Forsyth, R. P. und Barfoot, W. F. Bestimmung von Mangan und Chrom in Stahl nach der Persulfat-Arsenit-Methode 112.
Fouquet, R. und Capdecomme, L. Elektrische Bestimmung von Magnesium in Dolomiten 192.
Frank, G. siehe Smith, G. Frederick.
Frankel, J. siehe Brown, J. B.
Fraser, H. J. Mikrochemie der Edelmetalle 444.
Frediani, H. A. Mikroskopische Bestimmung von Kalium 438.
Frediani, H. A. und Gamble, L. Mikroskopischer Nachweis von Rubidium in Gegenwart von Caesium 441.
Fresenius, R. und Gehring, A. unter Mitarbeit von O. Fuchs und Marianne Vulpius. Einführung in die qualitative chemische Analyse 290 [L].
Fresenius, R. und Jander, G. Handbuch der analytischen Chemie. III. Teil. Quantitative Bestimmungs- und Trennungsmethoden. Band III. Elemente der dritten Gruppe 433 [L].
Fresenius, W. siehe Diemair, W.
Friedrich, Walter siehe Meyer, Julius.
Friese, W. p_H-Werte verschiedener Lebensmittel, besonders von Früchten und Gemüsen 312.
Friese, W. und Richtsteiger, F. Colorimetrische Bestimmung von Formol in Abwässern 77.
Fry, H. S. Darstellung von Thiocarbaniliden 63.
Fuchs, O. siehe Fresenius, R. und Gehring, A.
Fuchshuber, H. Schnellfällung der Kieselsäure durch spontane Koagulation 93.
Fullerton, J. B., Watkins, W. J. und Graham, C. L. Bestimmung von Jodiden in Gemischen 44.

Galpern, G. D. siehe Terentjew, A. P.
Galpern, G. D. und Winogradowa, Je. W. Bestimmung des Grades der Ungesättigtheit von Kohlenwasserstoffen 47.
Galvao, A. S. und Schwab, A. Bestimmung des Schwefels in Stahl 117.
Gamble, L. siehe Frediani, H. A.
Gatet, L. siehe Genevois, L.
Gauerke, C. G. siehe Marvel, C. S.
Gayley, Ch. T. Bestimmung von Stickstoff und Kohlenstoff in derselben Probe 200.
Gebhart, A. I. siehe Whitmore, W. F.

Gehring, A. siehe Fresenius, R.
Geier, K. siehe Röhrig, H.
Genevois, L., Gatet, L. und Cayrol, P. Bestimmung von Ascorbinsäure in Würzen und Weinen 213.
Georgijewski, A. P. siehe Moissejew, S. W.
Getz, Dorothy siehe Thornton, W. M.
Gianferrara, S. siehe Savini, G.
Gillo, L. Über die Stabilität der Neßler-Reaktion für photometrische Zwecke 133.
Glasgow, A. R. und Schicktanz, S. T. Untersuchung über Kugelfüllungen für Rektifizierkolonnen 374.
Glynn, J. H. Bestimmung von Sojabohnenprotein in Wurst oder andern Proteingemischen 308.
Goehring, Margot und Darge, Ilse. Ein Verfahren zur Bestimmung von Sulfat bei Anwesenheit einiger störender Kationen 180. — Bemerkung zu unserer Arbeit „Ein Verfahren zur Bestimmung von Sulfat bei Anwesenheit einiger störender Kationen" 373.
Gössler, F. Bogen- und Funkenspektrum des Eisens von 4555 Å bis 2227 Å mit gleichzeitiger Angabe der Analysenlinien der wichtigsten Elemente 426 [L].
Golbreich, S. E. Nachweis des Stickstoffs in organischen Verbindungen 133.
Goldstein, M. siehe Dubourg, J.
Golmow, W. P. Chemische Untersuchung der Fischfäulnis 310.
Gorbach, G. Bestimmung der Lichtbrechung des Unverseifbaren von Speisefetten 215.
Graham, C. L. siehe Fullerton, J. B.
Grand, C. G. siehe Chambers, R.
Grandel, F. und Neumann, H. Bestimmung von α-Tocopherol (Vitamin E) 213.
Grattan, G. E. und Potvin, A. Bestimmung von Chloriden in Nahrungsmitteln 227.
Grau, R. Schnellbestimmung des Fettgehaltes in Wurstwaren 306.
Grau, R. und Miermeister, A. Beiträge zur Frage der Feder-Zahl 306.
Greenlie, D. G. siehe Proctor, B. E.
Grengg, F. Bewertung und Prüfung natürlicher Steine 151.
Griebel, C. Nachweis von Cellulosederivaten in Lebensmitteln 218. — Siehe auch Bömer, A., Juckenack, A. und Tillmans, J. Handbuch der Lebensmittelchemie 457 [L].
Grießbach, R. Herstellung und Anwendung von Kunstharzaustauschern 181.
Großfeld, J. Nachweis von Sudanrot in Lebensmitteln 221. — Schwefelgehalt von Lebensmitteln als analytische Kennzahl 221. — Bestimmung von Benzoesäure in Lebensmitteln 216, 218. — Über das Unverseifbare in der Lebensmittelchemie 304. — Bestimmung von Kohlenwasserstoffen im Unverseifbaren 304. — Eignung von Erkennungsmitteln für Kunsthonig 215. — Berechnung des Stärkesirups nach Juckenack 224. — Siehe auch Bames, E.
Grün, R. und Schlegel. Prüfung von Kies auf organische Verunreinigungen 151.
Grundmann, G. siehe Brecht, K.
Guadalupi, G. siehe Martinenghi, G. B.
de Guevara, J. siehe Gurmendi, Q. F. G.
Gupta, G. N. siehe Rao, K. A. N.
Gurmendi, Q. F. G. und de Guevara, J. Volumetrische Bestimmung von Methylenblau 65.

Haanappel, Th. A. G. Bromometrische Bestimmung des Ammoniaks 135.
Hackl, O. Höhere Manganoxyde in der Silicatgesteins-Analyse 81.
Hämmerle, W. siehe Mohler, H.
Halla, F. und Castelliz, K. Antimonbestimmung 186.
Hampton, B. L. siehe Hasselstrom, T.
Hanna, Marion I. siehe Campbell, W. C.
Hantzsch, A. Optische Untersuchung über die Chromophore farbiger Salze und Säuren 279.
Harris, B. R. siehe Curtman, L. J.
Hartnagel, J. siehe Mohler, H.
Harwood, H. J. siehe Pool, W. O.

Hasselstrom, T. und Hampton, B. L. Nachweis von Methylchavicol in Terpentinölen 302.
Heertjes, P. M. Stickstoffbestimmung nach ter Meulen bei hochnitrierten Stoffen 136.
Heim, O. Bestimmung von Formaldehyd 302.
Heller, H. und Clever, H. Über die dielkometrische Bestimmung 66.
Hempel, F. siehe Schramek, W.
Henderson, L. M., Agruss, M. S. und Ayers, G. W. Einfluß von Schwefel und Schwefelverbindungen in Erdölprodukten auf gewisse Korrosionsteste 141.
Heraeus, W. C. (G. m. b. H.). Aschebestimmung von Phosphor enthaltenden Stoffen 227.
Herboth, L. Amidosulfosäure als Urtitersubstanz für die Acidimetrie 260.
Hermance, H. W. siehe Clarke, B. L.
Herold, I. Chemische Analyse als Wertmesser für ätherische Öle 58.
Herring, Eva siehe Lintzel, W.
Herting, O. Filtration des Mangan- und Zinksulfids 110.
Herzer, A. Einheitliche Untersuchung von Marmeladen 382.
Heuberger, K. Bestimmung des Zinnüberzuges auf Eisenblechen 140.
Heuser, G. und Krapohl, E. Fettbestimmung in Milch- und Sahnekaramellen 382.
Hill, E. L. siehe Marvel, C. S.
Hillig, F. Bestimmung der flüchtigen Fettsäuren zur Beurteilung der Verdorbenheit bei Heringsrogenkonserven 310.
Hinton, C. L. und Macara, T. Zusammensetzung einiger Marmeladenfrüchte und Bestimmung des Fruchtgehaltes von Marmeladen 381.
Hinton, C. L. und Taylor, A. Mc M. Bestimmung des Wassergehaltes von Schokolade 315.
Hodson, A. Z. und Norris, L. C. Fluorometrische Bestimmung des Riboflavingehaltes von Nahrungsmitteln 229.
Höfer, A. siehe Spengler, O.
Höppler, F. Ultrathermostat 187.
Hofer, H. siehe Popp, M.
Hoffmann, Erich (Wien). Bestimmung der Korngröße von Suspensionen 155, 156.
Hofgaard, K. Dilatometrische Fettstoffuntersuchungen (Polymorphie der Triglyceride) 458.
Hofmeier, H. siehe Nowak, P.
Holmes, B. und Kirk, P. L. Maßanalytische Bestimmung des Natriums als Natriumzinkuranylacetat 439.
Holthöfer, H. siehe Bömer, A., Juckenack, A. und Tillmans, J. Handbuch der Lebensmittelchemie 457 [L].
Holzmüller, W. siehe Erk, S.
Hopkinson, F. J. siehe Wernimont, G.
Hornig, A. siehe Specht, Fr.
Humphries, E. C. Bestimmung des Fettes im Kakao 315. — Bestimmung der Alkaloide im Kakao 315.
Hurka, W. Chemisches Praktikum für Mediziner 288 [L].

Ibele, J. siehe Besthorn, E.
Ikeda, M. siehe Nakajima, K.
Iofan, S. S. siehe Bossin, A. G.
Irimescu, I. und Chirnoagă, Eugenia. Eine neue Mikromethode zur Halogenbestimmung im organischen Molekül nach dem Prinzip von A. Stepanow 32.
Ivancenko, Dm. siehe Dédek, J.

Jackson, K. E. Systematische Erkennung von Alkaloiden 384.
Jackson, R. F. und Mathews, J. A. Bestimmung von Lävulose 296.
Jagnjatinskaja, G. I. siehe Korenman, I. M.
Jander, G. siehe Fresenius, R.
Jarczynski, R. siehe Schwarz, G.
Jenckel, E. und Woltmann, F. Bestimmung der Wasserdurchlässigkeit von Kunststoff-Folien 149.
Jentzsch, H. Zündwertprüfer 72.
Jermolowa, M. siehe Djatschkow, G.
Jesser, H. und Thomae, E. Jod-Luft-Untersuchungen 89. — Untersuchung der Honigdiastase 215.
Jesserer, H. siehe Kretschmayer, R.
Josselin und Sousque. Gerät zur Destillation im Vakuum und unter Atmosphärendruck 374.

Juckenack, A. siehe Bömer, A.
Juday, C. siehe Knudson, H. W.
Jullig, Thérèse und Barbière, J. Bestimmung des Stickstoffs nach Kjeldahl in Di- und Trinitronaphthalin 135.
Jungkunz, R. Bestimmung des Acetylmethylcarbinols in Gärungsessigen 219.

Kahane, E. Bestimmung stickstoffhaltiger organischer Basen und Alkaloide 55.
Kahler, H. L. Sulfatbestimmung nach der Tetrahydroxychinonmethode 126.
Kainrath, P. Über die maßanalytische Bestimmung von Jodiden 1.
Kámen, K. siehe Čech, V.
Kappeller, K. Bestimmung der wasserlöslichen Gerbstoffe im Kakao 314.
Kappelmeier, C. P. A. Bestimmung der Phthalsäure als Kaliumphthalat 208.
Karaoglanov, Z. Mitfällung von verschiedenen Ionen bei der Fällung von Sulfat als Bariumsulfat 180. — Die Empfindlichkeit chemischer Reaktionen VI. Reaktionen, bei denen übersättigte Lösungen entstehen 336. — Über das rhodantitrimetrische Verfahren zur Bestimmung des Quecksilbers 406.
Kardos, R. F. Reduktionsvermögen von Zuckerfütterungs- und unreifen Honigen 216. — Siehe auch Becker, E.
Karnatz, F. A. und Whitmore, F. C. Nachweis von Methyl-isopropylcarbinol in Diäthylcarbinol 299.
Karshawin, W. A., Leibusch, A. G. und Klewke, E. A. Bestimmung kleiner Konzentrationen Methan in Gasen 48.
Kasarnowski, S. N. Bestimmung von Acetylen in flüssigem Sauerstoff 48.
Kaye, I. A. Bestimmung kleiner Mengen Kalium 122. — Siehe auch Sobel, A. E.
Keenan, G. L. siehe Wilson, J. B.
Kemper, W. A. siehe Wilson, Ch. W.
Kenworthy, L. Prüfung metallischer Überzüge auf Korrosion 139.
Kešans, A. siehe unter Keschan, A.
Keschan (Kešans), A. Die Abscheidung der Phosphorsäure als Wismutphosphat in der quantitativen Analyse I 6.
Khanna, K. L. und Sen, S. C. Titrimetrische Invertzuckerbestimmung mit KaliumeisenIII-cyanid 235.
Kiermeier, F. Bewertung von Lebensmitteln 223.
Kieselbach, G. Paprikagehalt der Würste und dessen Beurteilung 308.
Kimura, K. siehe Bobayasi, S.
King, G. B. Potentiometrische Bestimmung des Selenat-Ions 105.
Kirby, H. Heizgerät 431.
Kirk, P. L. siehe Lindner, R.; Holmes, B.
Kirner, W. R. Direkte Mikrobestimmung des Sauerstoffs in organischen Substanzen 130.
Klemm, W. Anorganische Chemie, 4. Aufl. 435 [L].
Klewke, E. A. siehe Karshawin, W. A.
Kluyver, A. J. Untersuchung von Stärkesirup und technischem Stärkezucker 235.
Knudson, H. W., Juday, C. und Meloche, V. W. Silicomolybdatmethode zur Bestimmung von Kieselsäure 194.
Koch, J. siehe Diemair, W.
Koch, Paul-August. Unterscheidungsverfahren für Zellwollen 146.
Koch, W. W. siehe Smith, G. Frederick.
Kofler, Adelheid siehe Kofler, L.
Kofler, L. Mikromethoden zur Kennzeichnung organischer Substanzen 453 [L].
Kofler, L. Mikromethoden zur Kennzeichnung organischer Substanzen 453 [L].
Kofler, L. und Opfer-Schaum, R. Bestimmung der Lichtbrechung des Unverseifbaren von Speisefetten 215.
Kolthoff, I. M. Jodometrische Bestimmung der Glucose 220.
Kolthoff, I. M. und Amdur, E. Cerimetrische Bestimmung kleiner Mengen Arsen 193.
Kopac, M. J. siehe Chambers, R.
Korenman, I. M. und Jagnjatinskaja, G. I. Mikroreaktionen auf Caesium und Rubidium 442.
Kortüm, G. Colorimetrie und Spektralphotometrie 424 [L].

Koslov, I. N. Identifizierung von Nahrungsmittelfarbstoffen 227.
Kosstrow, I. W. siehe Medinski, Ch. B.
Kott, A. E. siehe Smith, G. Frederick.
Krainick, H. G. Photometrische Mikrobestimmung des Silbers 378. — Siehe auch Lieb, H.; Zacherl, M. K.
Krapohl, E. siehe Heuser, G.
Kraus, A. Nachweis von Phthalsäure mit Hilfe der Fluoresceinreaktion 208.
Kraus, R. Luftfreies Kohlendioxyd aus dem Kippschen Apparat für die Stickstoff-Bestimmung nach Dumas 405.
Krauz, C. und Štěpánek, J. Bestimmung von Tetranitromethan 56.
Kretschmayer, R. und Jesserer, H. Biuretreaktion bei niedermolekularen organischen Substanzen 63.
Kroupa, Edith. Mikrogravimetrische Trennung von Nickel und Uran 293.
Krustinsons, J. Über das thermische Verhalten einiger für die analytische Praxis wichtiger Verbindungen. II. As_2S_3, Bi_2S_3, HgS 98. — Umwandlung des schwarzen Quecksilbersulfids in rotes 100.
Krynicki, Mr. A. siehe Ruff, A.
Kürthy, L. und Müller, Hans. Löslichkeit von Wismutphosphat in Salpetersäure 7.
Küster, F. W. und Thiel, A. Bestimmung der Schwefelsäure bei Gegenwart von Eisen 180.
Kulman, J. Vorherbestimmung der löslichen und unlöslichen Zucker in Diabetikermehlen und -brot 234.
Kurz, F. siehe Fischer, Hellmut.
Kwiatkowski, J. und Längauer, D. Bestimmung des leichtlöslichen Kaliums in Rohsalzen 42.

Längauer, D. siehe Kwiatkowski, J.
Lang, K. siehe Fresenius, R. und Jander, G. Handbuch der analytischen Chemie 433, 434 [L].
Lange, Jörn. Einführung in die physikalische Chemie (Thermodynamik, Kinetik) 425 [L].
Lantz, R. Colorimetrischer Nachweis kleiner Mengen Salpetersäure 295.
Lațiu, E. siehe Murgulescu, I. G.
Laurent, L. Schnellanalyse von Letternmetallen 156.
Lecco, A. und Lilic, L. Bestimmung des Stickstoffs in Pikrinsäure 136.
Lechner, R. siehe Fink, R.
Lechner, R. und Ross, M. Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl 135.
Lecoq, H. Bestimmung des Stickstoffs 135.
Lehmann, Erich. Bestimmung des Jodidgehaltes in photographischen Schichten 5.
Leibusch, A. G. siehe Karshawin, W. A.
Leidig, Th. Vorkommen metallischer Eisenteilchen in Schokoladenerzeugnissen 316.
Leitess, W. G. Bestimmung der Wärmedenaturierung von Eiweißstoffen der Ölsamen 460.
Leithe, W. Refraktometrische Fettbestimmungsverfahren 214.
Leitmeier, H. und Feigl, F. Über Mn_3O_4-haltigen Kelyphit 84.
Lenhart, E. Bestimmung der Bildungswärme der natürlichen Brennstoffe und deren Einfluß auf die Verbrennungsgleichungen 73.
Les Veaux, J. F. und Mewborne, R. G. Bestimmung der Schwefelmengen in wäßrigen Schwefelsuspensionen 157.
Lever, D. und Mazumder, M. Konduktometrische Aschenbestimmung in Rohrmelassen 230.
Levin, R. H. siehe Snyder, H. R.
Lieb, H. und Krainick, H. G. Mikrobestimmung des Kohlenstoffs durch Verbrennung 35.
Lieneweg, F. Feuchtemessung in staubhaltigen Industriegasen 75.
Lilic, L. siehe Lecco, A.
Lindner, R. und Kirk, P. L. Mikrobestimmung von Natrium 439.
Link, K. P. siehe Roberts, W. L.
Lintzel, W. und Herring, Eva. Bestimmung von Trimethylamin und Trimethylaminoxyd in Fischkonserven 309.
Lisle, E. B. Halbmikrobestimmung von freiem und als Salz vorliegendem Ammoniak 442.
Ljapunow, N. A. und Nossowa, W. I. Bestimmung geringer Calciumoxydmengen in Chromatlösungen 43.

Ljubin, B. O. Bestimmung des Calorienwertes und der chemischen Zusammensetzung von Nahrungsmitteln 223.
Ljunggren, G. Oxalsäure, Malonsäure und Bernsteinsäure als Urtitersubstanzen in der Acidimetrie 261.
Loshakoff, A. siehe Dunn, M. S.
Lott, W. L. Colorimetrische Mikrobestimmung von Zink 461.
Louis, Ch. Schnellbestimmung des Siliciums im Ferrosilicium 169.
Lowy, A. siehe Phillips, J.
Lucchèse, L. Schnellbestimmung des Siliciums im Ferrosilicium 169.
Lukaszewicz, W. siehe Zawadzki, J.
Lurje, Ju. Ju. und Tal, E. M. Bestimmung geringer Kobaltmengen in Erzen, Konzentraten und Rückständen 43.
Lynowski, O. P. und Srogiss, A. A. Bestimmung von Fructose und Glucose in Nahrungsmitteln 235.

Ma, T. Sh. siehe Sah, P. P. T.
Macara, T. siehe Hinton, C. L.
Macbeth, A. K. siehe Baillie, A.
Macovski, E. siehe Cândea, C.
Maechling, Eugenia H. Bestimmung kleiner Mengen Phenolphthalein in Gegenwart von Emodin und Chrysophansäure 464.
Mahr, C. Mikrochemischer Bleinachweis 197.
Maitilasso, Maria siehe Buogo, G.
Marberg, C. M. Halbmikrosublimationsapparat 377.
Marschner, W. Bestimmung der für die Herstellung reinfarbiger Ziegel notwendigen Menge Bariumcarbonat 154.
Martens, P. Die 2%ige, mit Calciumcitrat gesättigte Citronensäurelösung und ihre lösende Wirkung auf die Phosphatdüngemittel 245.
Martinenghi, G. B. und Guadalupi, G. Nachweis von Aprikosenkernöl in Mandelöl 460.
Marvel, C. S., Gauerke, C. G. und Hill, E. L. Identifizierung von Alkylhalogeniden 62.
Maselli, C. Volumetrische Bestimmung von Semicarbazid 51.
Mathews, J. A. siehe Jackson, R. F.
Maxwell, N. I. siehe Baillie, A.
Mazumder, M. siehe Lever, D.
Medicus, L. Einleitung in die chemische Analyse, 2. Heft: Kurze Anleitung zur Maßanalyse. 12. Aufl. 383 [L].
Medinski, Ch. B. und Kosstrow, I. W. Bestimmung des Gehaltes von organischen Halogenderivaten in Gegenwart von elementarem Schwefel 203.
Meduri, P. siehe Buogo, G.
Meenen, H. W. Bestimmung von Vitamin E 213.
Meloche, V. W. siehe Knudson, H. W.
Mentz, H. siehe Popp, M.
Mentzel, C. siehe Arnold, C.
Metz, A. Dilatometer zur Untersuchung von Gläsern 155.
ter Meulen, H. und Raavensway, H. J. Bestimmung von Stickstoff in organischen Stoffen 199.
Mewborne, R. G. siehe Les Veaux, J. F.
Meyer, Julius und Friedrich, Walter. Löslichkeit von Bariumselenat 38.
Michailowa, A. M. siehe Moissejew, S. W.
Miermeister, A. Zusammensetzung von Schlachttierblut und Nachweis einer Wässerung 306. — Zusammensetzung und Beurteilung der Berliner frischen Blut- und Leberwurst 309. — Siehe auch Grau, R.
Miermeister, A. und Stäsche, R. Bestimmung des Mineralstoffgehaltes in Brühwürsten 309.
Misutsch, K. Amidosulfosäure als Urtitersubstanz für die Acidimetrie 260.
Mitsche, R. Fluorescenzanalytische Methoden in der Metallographie 156.
Mönnig, H. siehe Winter, H.
Moffett, W. siehe Suter, C. M.
Mohler, H., Hämmerle, W. und Hartnagel, J. Bestimmung des Fruchtsaftgehaltes in Tafelgetränken 228.
Moissejew, S. W., Georgijewski, A. P. und Michailowa, A. M. Untersuchung und Bewertung von mit Natriumfluorid verunreinigtem Fleisch 306.
Monikovskis, C. Quantitative Schätzung von Essigälchen in handelsüblichen Essigen 219.

del Monte, R. siehe Rocchi, C.
Motohashi, N. Bestimmung von Vanadin in Ferromangan 111.
Müller, A. (Berlin). Bestimmung des Kakaoschalengehaltes in Kakaopulver 314.
Müller, Erich. Elektrochemisches Praktikum, 6. Aufl. 426 [L].
Müller, Hans siehe Kürthy, L.
Müller, Hans-Joachim. Bestimmung der Teilchenfeinheit von Zinkweiß 145.
Müller-Neuglück, H. H. Bestimmung von Kohlenoxyd und Sauerstoff in technischen Gasen 74.
Murgulescu, I. G. und Alexa, V. o-Chlorbenzoesäure als Urtitersubstanz für die Acidimetrie 260.
Murgulescu, I. G. und Latiu, E. Die konduktometrische Bestimmung der Jodate mit starken Säuren 256. — o-Chlorbenzoesäure als Urtitersubstanz in der Jodometrie 267.

Nagoshi, T. und Nakagawa, I. Verwendung von Katalysatoren bei der Bestimmung des Stickstoffs nach Kjeldahl 134.
Nakagawa, I. siehe Nagoshi, T.
Nakajima, K. und Ikeda, M. Bestimmung von Stickstoff in Sojabohnenmehl und Rapssamenkuchen 229.
Nemetz, S. M. Kupferbestimmung in Konserven mit Dithizon 224.
Neumann, F. Methoxylbestimmung 202. — Siehe auch Arndt, F.
Neumann, H. siehe Grandel, F.
Niculescu, M. und Căplescu, N. Eine neue volumetrische Methode zur Glucosebestimmung 416.
Niemann, C. siehe Stein, W. H.
Nierenstein, D. A. Bestimmung von freiem Calciumoxyd 42.
Nifontowa, M. W. Colorimetrische Bestimmung von Mangan, Titan und Eisen in der Luft von Elektroschweißzechen 121.
Nitsche, K. S. Bestimmung von freiem Alkali in gefärbten Wachsemulsionen 67.
Noetzel, O. Silberbestimmung in katadynisierten Essigen und Fruchtsaftlimonaden 218.
Normann, W. Dilatometrische Fettstoffuntersuchungen 458.
Norris, L. C. siehe Hodson, A. Z.
Nossowa, W. I. siehe Ljapunow, N. A.
Nottes, G. Universalapparat für Extraktion und Destillation 430.
Nowak, P. und Hofmeier, H. Bestimmung der Wasserdurchlässigkeit von Kunststoff-Folien 149.
Nurse, R. W. Bestimmung der Schwindung von Zementmörteln beim Trocknen 153.

Ochiai, E., Tsuda, K. und Sakamoto, S. Mikroanalytische Chlor- und Brombestimmung 203.
Ohmasa, M. Abänderung der Kjeldahlmethode unter Verwendung von Selen als Katalysator beim Aufschluß 199.
Olsen, A. G., Stuewer, R. F., Fehlberg, E. R. und Beach, N. M. Wertbestimmung von Handelspektinen 217.
Olsen, J. S. siehe Titus, A. C.
Oohara, Y. Über die Additionsverbindungen des Hexamethylentetramins mit Salzsäure und Calciumchlorid und einen Nachweis des Hexamethylentetramins 61. — Analyse des Hexamethylentetramins 62.
Opfer-Schaum, R. siehe Kofler, L.
Ortega y Canet, M. de J. siehe Taub, A.
van Os, D. und Dykstra, V. Prüfung von ätherischen Ölen durch Messung der Ultraviolettabsorption 58.
Otterbacher, T. und Whitmore, F. C. Identifizierung von Aminen 63.
Otto, Helmut. Direkte Bestimmung von dreiwertigem Mangan in Silicaten 84.

Palfray, L. Verwendung von Katalysatoren bei der Bestimmung des Stickstoffs nach Kjeldahl 134.
Pantsios, A. A. Über die zerstörende Wirkung der Wasserdampfdestillation auf Chrysanthemum-Monocarbonsäure 205.
Papp, S. Die genaue Bestimmung der freien Kohlensäure in Wasser unter Verwendung neuer Korrekturwerte 349.
Pappadà, N. Über die Koagulation von als Hydrosol vorhandener Kieselsäure 95.

Parke, E. H. Destillationskolonne 373.
Paulus, R. siehe Thanheiser, G.
Pavlas, P. Colorimetrische Bestimmung des Amidstickstoffs in der Zuckerrübe 232. — Siehe auch Staněk, V.
Peltzer, J. Nachweis und Bestimmung von Magermilchpulver in Wurst 308.
Peters, H. Bestimmung des freien Alkalis in Seifen 236.
Petrow, G. und Schmidt, Ja. Bestimmung von Phenol in Phenolaldehydharzen 208.
Pfützer, G. und Roth, H. Bestimmung des Reineiweißes mit Metaphosphorsäure als Fällungsmittel 214.
Philippoff, W. Capillarviscosimeter 186. — Fallkörperviscosimeter 187.
Phillips, J. und Lowy, A. Titration aromatischer Amine mit salpetriger Säure 51.
Piccard, J. siehe Shaefer, W. E.
Pick, H. siehe Auerbach, F.
Piegai, A. Brechungsindex von Tomatenkonserven 311.
Piercy, G. T., Plant, E. K. und Rogers, M. C. Schnellbestimmung von Phosphor in Leinöl mittels der Sauerstoffbombe 66.
Pinskaja, Z. A. siehe Chlopin, N. Ja.
Piper, C. S. Verwendung von Katalysatoren bei der Bestimmung des Stickstoffs nach Kjeldahl 134.
Plant, E. K. siehe Piercy, G. T.
Plein, E. M. und Poe, Ch. F. Bestimmung von Campher in alkoholischen Lösungen 463.
Poe, Ch. F. siehe Plein, E. M.
Poethke, W. siehe Medicus, L. Einleitung in die chemische Analyse 383 [L].
Polátsik, Š. siehe Šimek, B. G.
Pool, W. O., Harwood, H. J. und Ralston, A. W. Bestimmung einbasischer aliphatischer Carbonsäuren 63.
Popp, M., Contzen, J., Hofer, H. und Mentz, H. Die lösliche Kieselsäure in Thomasmehlen und ihr Einfluß auf die Bestimmung der citronensäurelöslichen Phosphorsäure 254.
Popper, E. siehe Ripan, Raluca.
Potvin, A. siehe Grattan, G. E.
Powell, A. L. siehe Feldman, H. B.
Primak, Wm. siehe Curtman, H. R.
Proctor, B. E. und Greenlie, D. G. Indikatoren für Redoxpotential bei der Qualitätskontrolle von Lebensmitteln 229.
Pugh, C. E. M. und Quastel, J. H. Mikrobestimmung von Ammoniak in Gegenwart aliphatischer Amine 50.
Quastel, J. H. siehe Pugh, C. E. M.
Raaschou, P. E. Capillarviscosimeter 288.
Raavensway, H. J. siehe ter Meulen, H.
Rachele, J. R. siehe Benedetti-Pichler, A. A.
Ralston, A. W. siehe Pool, W. O.
Rao, K. A. N. und Gupta, G. N. Bestimmung des Wassergehaltes in Gur (Rohzuckerprodukt) und Melassen 230.
Rasch, R. Feuerfeste Baustoffe 153.
Reichinstein, D. Mikromethode zur Bestimmung des Aciditätscharakters der organischen Farbstoffe 58.
Reid, J. D. und Weihe, H. D. Vereinfachte Bestimmung von Ameisensäure 455.
Reif, G. siehe Bömer, A., Juckenack, A. und Tillmans, J. Handbuch der Lebensmittelchemie 457 [L].
Remy, H. Lehrbuch der anorganischen Chemie, II. Band, 2. und 3. Aufl. 432 [L]. — Die „Richtsätze für die Benennung anorganischer Verbindungen", Sonderdruck 428 [L].
Revukas, A. siehe Whitmore, W. F.
Ribaud, G. Experimentelle Bestimmung der Verbrennungstemperatur und ihre Anwendung auf das Stadtgas 72.
Richtsteiger, F. siehe Friese, W.
Rieder, R. Geschwindigkeit der Jodat-Thiosulfat-Reaktion 256.
Rienäcker, G. siehe Fresenius, R. und Jander, G. Handbuch der analytischen Chemie 433, 434 [L].
Rinck, A. Untersuchung von invertzuckerhaltigem Marzipan und Persipan 382.

Ripan, Raluca. Über eine spezifische Reaktion der Selensäure mit Silber-Ion und die dadurch ermöglichte Abtrennung der Selensäure von der Schwefelsäure 38.
Ripan, Raluca und Drăgulescu, C. Die konduktometrische Titration der Selenocyanide mit Salzsäure 101. — Die potentiometrische Bestimmung der Selenate 104.
Ripan, Raluca und Popper, E. Konduktometrische Bestimmung des Thallium-I-Ions mit Alkalipseudohalogeniden 269.
Ritsert, K. Gläserner Fluorescenzstandard zur Bestimmung von Aneurin 23, 32.
Ritzer, J. E. siehe Shrader, S. A.
Roberts, W. L. und Link, K. P. Bestimmung von Cumarin und Melilotsäure 238.
Rocchi, C. und del Monte, R. Schnellbestimmung des Stickstoffs nach Kjeldahl 135.
Rodden, C. J. siehe Alber, H. K.
Röhrig, H. und Geier, K. Ausführung der oxydischen Kochsalzprobe nach Mylius 142.
Rogers, M. C. siehe Piercy, G. T.
Rogers, R. H. Bestimmung des Unverseifbaren 459.
Rollett, A. Darstellung von Linolsäure 204.
Rollwagen, W. und Schilz, E. Verwendung des Flammenbogens für Glasanalysen 155.
Roper, E. E. Physikalische Methode zum Trocknen verflüssigter Kohlenwasserstoffe 44.
Rose, F. W. siehe White, Joseph D.
Rosenthaler, L. Mikrokrystallfällung des Calciums als Sulfat 336.
Rosin, P. und Fehling, R. Verbrennungsformeln für natürliche Brennstoffe 74.
Ross, M. siehe Lechner, R.
Roth, H. siehe Pfützer, G.
Rothe, J. Schnellbestimmung des Siliciums im Ferrosilicium 169.
Roy, M. B. siehe Chakravarti, S. N.
Ruff, A. und Krynicki, Mr. A. Analyse von Phthalsäure und Phthalaten 209.
Ruigh, W. L. Bestimmung von Vinylchlorid in Divinyläther 204.
Russell, W. W. und Woodberry, N. T. Untersuchung der Fluidität von Baumwolle in Dimethyldibenzylammoniumhydroxyd 148.
Sabine, D. B. Schnellbestimmung von Saccharose in Schokolade 315.
Sacharjewski, M. S. Elektrometrische Bestimmung kleiner Kupfer- und Bleimengen in Nahrungsmitteln 221.
Sah, P. P. T. und Ma, T. Sh. Identifizierung von Alkylhalogeniden 62.
Saito, N. siehe Sakurada, I.
Sakamoto, S. siehe Ochiai, E.
Sakurada, I. und Saito, N. Überlaufviscosimeter 290.
Salani, R. Polarimetrische Bestimmung des Mannits in Naturprodukten 233.
Salzer, E. und Theissig, F. Schnellbestimmung von Silicium in Silumin und anderen Leichtmetall-Legierungen 96.
Samuelson, O. Anwendung von Organolithen bei der Sulfatbestimmung 373. — Organolithverfahren zur gewichtsanalytischen Sulfatbestimmung bei Gegenwart störender Kationen 373.
Sanchez, J. K. Bestimmung des Halogens in organischen Substanzen 136.
Šandera, K. Bestimmung der Lösungsdauer von Zuckerwürfeln 232.
Sarudi (v. Stetina), I. Zur Trennung des Wismuts von Blei als Wismutoxychlorid 108. — Zur Filtration des Mangan- und Zinksulfids 110. — Die Trennung des Bleis von Kupfer, Cadmium und Eisen als Bleichromat 370.
Sattler, L. siehe Zerban, F. W.
Savini, G. und Gianferrara, S. Unterscheidung des Pektins von ähnlichen Produkten 217.
Schätzlein, Ch. Bestimmung der schwefligen Säure in Süßmosten 224.
Schicktanz, S. T. siehe Glasgow, A. R.
Schilz, E. siehe Rollwagen, W.
Schlegel siehe Grün, R.
Schleicher, A. Über Arbeit und Leistung colorimetrischer Methoden 385. — Theorie der elektroanalytischen Schnellmethoden 385.
Schlumberger, E. Schnellbestimmung des Siliciums im Ferrosilicium 169.

Schmidt, Erich. Bestimmung von Tetranitromethan 56.
Schmidt, Ja. siehe Petrow, G.
Schneider, Hans. Nachweis von wenig Nickel neben viel Kobalt 185.
Schoorl, N. Jodadditionszahl von Fetten 458.
Schott, F. Bestimmung von Kupfer mit Salicylsäure 393.
Schott, H. F., Swift, E. H. und Yost, D. M. Jodometrische Bestimmung von Selen 104.
Schramek, W. und Hempel, F. Unterscheidungsmerkmale der Zellwollen 142.
Schrefeld, O. Bestimmung reduzierender Zucker 235.
Schürmann, P. und Blumenthal, H. Kornfeinprüfung von Zinnüberzügen auf Kupfer 139.
Schulte, K. E. siehe Thaler, H.
Schulze, Werner. Allgemeine und physikalische Chemie, I. und II. Teil 426 [L].
Schwab, A. siehe Galvao, A. S.
Schwarz, G. und Jarczynski, R. Maßanalytische Bestimmung der Lactose 235.
Schwarz, L. siehe Dédek, J.
v. Schwarz, M. Schnellbestimmung des Siliciums im Ferrosilicium 169.
Schwarz, R. Stickstoff und Silicium. Eine vergleichende Betrachtung 425 [L].
Schwarze, P. Refraktometrische Fettbestimmung in Zuchtmaterial 214.
Schwiete, H. E. siehe Eitel, W.
Scotti, G. Jodzahlbestimmungsmethode für Öle und Fette 459.
Seath, J. und Bramish, F. E. Salpetersäurereinigung von Probierkörnern 196.
Sen, S. C. siehe Khanna, K. L.
Shaefer, W. E. und Piccard, J. Verseifungsmethode für schwer verseifbare Ester 310.
Shibata, Z. siehe Tajiri, I.
Shrader, S. A. und Ritzer, J. E. Apparat zur Mikrodestillation 429.
Sideris, C. P. Colorimetrische Manganbestimmung mit Formaldoxim 158. — Colorimetrische Mikrobestimmung von Magnesium 444.
Sidersky, D. Zur Vermeidung von polarimetrischen Umrechnungen bei der Analyse von Zuckerprodukten 233.
Šimák, M. Pülpebestimmungen aus der Praxis einer Campagne 232.
Šimek, B. G. und Polátsik, Š. Jodometrische Bestimmung von Phenol 157.
Simerl, L. E. und Browning, B. L. Photocolorimetrische Bestimmung von Stärke in Papier 148.
Sinowjew, A. Bestimmung der Aktivität von Nickelkatalysatoren bei der Hydrierung von Ölen 460.
Skramovsky, S. Salicylsäure als Urtitersubstanz in der Acidimetrie 261.
Slooff, A. und van Duyn, D. Nachweis von Stickstoff, Schwefel und Halogen in organischen Substanzen durch Hydrierung 453.
van Slyke, D. D. und Dillon, R. T. Gasometrische Bestimmung von Carboxylgruppen in Aminosäuren 209.
Smith, D. F. Löslichkeit von $BiONO_3$ in verdünnter Salpetersäure 10.
Smith, G. Frederick siehe Butler, M. J.
Smith, G. Frederick, Frank, G. und Kott, A. E. Elektrolytische Oxydation von Cer ohne Benutzung einer Diaphragmazelle 40.
Smith, G. Frederick und Koch, W. W. Perchlorsäure als Urtitersubstanz für die Acidimetrie 260.
Smith, G. Frederick, Sullivan, V. R. und Frank, G. Umsetzung von Ceroxyd zu Ceriammoniumnitrat 41.
Smith, G. St. Volumetrische Bestimmung von Semicarbazid und Aminoguanidin 51.
Snyder, H. R., Levin, R. H. und Wiley, P. F. Untersuchung der Reaktion von Säureanhydriden mit Anilen 210.
Sobel, A. E. und Kaye, I. A. Bestimmung von „Submikromengen" an Calcium 443.
Souci, S. W. Chemische Kennzeichnung und analytische Untersuchung des Torfes 68.
Sousque siehe Josselin.
Spannuth, H. T. siehe Coffey, C. A.
Specht, Fr. Analyse der Fluoride 161.
Specht, Fr. und Hornig, A. Die Bestimmung des Fluors im Aluminiumfluorid als PbClF durch Fällung mit Bleiacetatlösung 161.

Spengler, O., Böttger, St. und Höfer, A. p_H- und p_{OH}-Messung in Zuckerfabrikationssäften 231.
Spengler, O. und Brendel, C. Kalkbestimmung in Zuckersäften 231.
Spengler, O., Zablinsky, K. und Wolf, A. Bestimmung des Aschengehaltes in Rohzucker-Nacherzeugnissen und Melassen 230.
v. Spiess, Th. siehe Thaler, H.
Splittgerber, A. Bestimmung von Kohlensäure in Wasser 352, 369.
Srogiss, A. A. siehe Lynowski, O. P.
Stäsche, R. siehe Miermeister, A.
Stanék, V. und Pavlas, P. Bestimmung des nicht auslaugbaren Anteils der Rübe und der süßen Schnitzel 232. — Apparat zur Digestion größerer Mengen Schnitzel 232.
Stein, W. H., Niemann, C. und Bergmann, M. Bestimmung von Aminosäuren 454.
Steiner, G. Bestimmung der Zähigkeit von Fleisch und Fleischwaren 308.
Steiner, O. Mikro-Kjeldahlbestimmung in Lebensmitteln 224.
Steinhoff, G. Bestimmung von Monosacchariden 296.
Stěpánek, J. siehe Krauz, C.
Stevens, T. V. und Baier, W. E. Refraktometrische Bestimmung der festen Stoffe in Citronensäften 225.
Stevenson, T. M. und Clayton, J. S. Bestimmung von Cumarin und Melilotsäure 238.
Stoldt, W. Untersuchung von Milch- und Rahmzuckerwaren 383.
Strebinger, R. Praktikum der quantitativen chemischen Analyse I. Teil. 3. Aufl. 292 [L].
Strohecker, R. Bestimmung freier Kohlensäure in Wasser 350, 369. — Methoden der Lebensmittelchemie 303 [L].
Stuart, H. A. Kurzes Lehrbuch der Physik 425 [L].
Stuewer, R. F. siehe Olsen, A. G.
Sullivan, V. R. siehe Smith, G. Frederick.
Suter, C. M. und Moffett, W. Identifizierung von Aminen 63.
Swaving, A. J. Fettbestimmung 458.
Swift, E. H. siehe Schott, H. F.
Szeghö, F. siehe Vastagh, G.
Tajiri, I. und Shibata, Z. Analyse der aus Stahl isolierten Gase 120.
Tal, E. M. siehe Lurje, Ju. Ju.
Tarbell, D. St. Reaktionen von Malein- und Dimethylmaleinsäureanhydrid mit Organometallverbindungen 211.
Taub, A. siehe Zweig, S.
Taub, A. und Ortega y Canet, M. de J. Capillaranalyse von Lebensmittelfarbstoffen 225.
Taylor, A. Mc M. siehe Hinton, C. L.
Taylor, G. L., Adair, G. S. und Adair, Muriel E. Bestimmung von Sojabohnenprotein 308.
Terentjew, A. P., Winogradowa, Je. W. und Galpern, G. D. Diazometrische Bestimmung von Dienkohlenwasserstoffen 46. — Bestimmung von individuellen Kohlenwasserstoffen 46. — Bestimmung von Dienkohlenwasserstoffen in Pyrolysebenzin 47.
Terrier, J. Bestimmung der Stärke 220.
Thaler, H. Bestimmung der Rohfaser nach Scharrer 313.
Thaler, H., Beitter, H. und v. Spiess, Th. Bestimmung der Rohfaser in Kaffee-Ersatz- und Zusatzstoffen 313.
Thaler, H. und Schulte, K. E. Chromatographischer Nachweis der künstlichen Färbung von Lebensmitteln 226.
Thanheiser, G. und Paulus, R. Untersuchung über die zu niedrig gefundenen Sauerstoffwerte in Ferrowolfram 120.
Thanheiser, G. und Wäterkamp, Maria. Stahlanalyse durch Tüpfelreaktionen am Werkstück 118.
Theissig, F. siehe Salzer, E.
Thiel, A. siehe Küster, F. W.
Thomae, E. siehe Jesser, H.
Thornton, W. M. und Getz, Dorothy. Paranitrobenzoesäure als Urtitersubstanz in der Acidimetrie 261.
Tillmans, J. siehe Bömer, A.
Tischtschenko, D. Pseudocumolsulfosäure als Urtitersubstanz für die Acidimetrie 260.
Titus, A. C. und Olsen, J. S. Empirische mercurimetrische Zinkbestimmungsmethode 123.

Toennies, G. und Callan, Th. P. Aminosäuretitration nach der Perchlorat-Essigsäuremethode 50.
Tomita, M. Biuretreaktion von Serin und Colamin 64.
Torti, P. Gemeinsame Reaktionen der Mehle der echten Kastanie und der Roßkastanie 223.
Townsend, F. E. und Cade jun., G. N. Trennung des Cadmiums von Zink mittels granulierten Aluminiums 124.
Trepka-Bloch, E. Ein neues Reagens zum Nachweis von Vanadium, besonders in Stahl 276.
Tseng, Ch.-L. und Wei, F. Bestimmung des organisch gebundenen Phosphors 202.
Tsuda, K. siehe Ochiai, E.
Turner, A. W. und Conquest, V. Bestimmung des Farbstoffes in frischem und gefrorenem Eidotter 226.
Tutin, F. siehe Barger, G.

Ulich, H. Kurzes Lehrbuch der physikalischen Chemie, 4. Aufl. 287 [L].
v. Unruh, A. siehe Fischer, Hellmut.

Vastagh, G. Bestimmung von Aneurin (Vitamin B_1) in Arzneipräparaten 24, 77.
Vastagh, G. und Szeghö, F. Über die Verwendung des gläsernen Fluorescenz-Standards bei der Bestimmung von Aneurin (Vitamin B_1) 23.
Verein Deutscher Portland-Zement-Fabrikanten. Analysenschnellverfahren zur Bestimmung der Tonerde im Portlandzement (Preisausschreiben) 237.
Vigreux, H. Fraktionierapparat für normalen und für verminderten Druck 428.
Vogel, H. Bestimmung der kinematischen Zähigkeit mit technischen Viscosimetern 75.
Vollmer, A. Bestimmung der Dichte und der Auflagestärke von korrosionsschützenden Überzügen 138.
van Voorst, F. Th. Schnellbestimmung des Wasser-Eiweiß-Verhältnisses in Fleischwaren 308. — Untersuchung von Stärkesirup und technischem Stärkezucker 235. Adipinsäure als Urtitersubstanz in der Acidimetrie 261.
Votoček, E. Mercurimetrische Bestimmung des Chlor-Ions 44.
Vulpius, Marianne siehe Fresenius, R. und Gehring, A.

Wagner, G. Gasanalytisches Praktikum 287 [L].
Wagner, H. Colorimetrische Bestimmung von Nickel in Nickelbädern 43. — Kurzprüfung von Rostschutzpigmenten 145.
Waterkamp, Maria siehe Thanheiser, G.
Watkins, W. J. siehe Fullerton, J. B.
Watnik, I. M. Volumetrische Bestimmung der reduzierenden Substanzen in zuckerhaltigen Produkten 234.
Wei, F. siehe Tseng, Ch.-L.
Weihe, H. D. siehe Reid, J. D.
Weihrich, R. Die chemische Analyse in der Stahlindustrie, 3. Aufl. Die chemische Analyse Bd. 31 461 [L].
Weinberg, G. Ja. Stickstoffbestimmung in Stählen 121.
Werkenthin, M. Kontrolle des Kochprozesses in der Zuckerindustrie 230.
Werner, M. Vereinheitlichung und Normung auf dem Gebiet der Korrosionsprüfung 137.
Wernimont, G. und Hopkinson, F. J. Mikrotitration von Selen 158.
Wernlund, C. J. Prüfung galvanischer Zinküberzüge auf Eisen 140.
de Whalley, H. C. S. Bestimmung des Wassergehaltes von Melassen und Sirupen 230.
White, E. V. und Wright, G. F. Mikro-Methoxyl- und Mikro-Kohlenstoff-Wasserstoff-Bestimmung 202.
White, Joseph D. und Rose, F. W. Entfernung von Isopropylbenzol aus Erdöl durch Adsorption an Silicagel und Destillation mit Essigsäure 67.
Whitmore, F. C. siehe Karnatz, F. A.; Otterbacher, T.
Whitmore, F. C. und Crooks jun., H. M. Unterscheidung primärer, sekundärer und tertiärer aliphatischer Säuren 205.
Whitmore, W. F. und Gebhart, A. I. Mikroskopische Identifizierung substituierter Naphthalinsulfonsäuren 206.

Whitmore, W. F. und Revukas, A. Katalytische Reduktion einiger Azokomponenten und ihre Anwendung auf die Identifizierung von Azofarbstoffen 59.
Wiberg, E. siehe Fresenius, R. und Jander, G. Handbuch der analytischen Chemie 433 [L].
Wichmann, H. J. Aschebestimmung in Nahrungsmitteln 227.
Wilcox, L. Z. siehe Baldeschwieler, E. L.
Wiley, P. F. siehe Snyder, H. R.
Wilhelm, C. Beurteilung von Fleischbrüherzeugnissen und deren Ersatzmitteln 307.
Wilmanns, K. siehe Eitel, W.
Wilson, Ch. W. und Kemper, W. A. Sulfatbestimmung nach der Tetrahydroxychinonmethode 127.
Wilson, J. B. Bestimmung von β-Ionon in Handelsprodukten 228. — Bestimmung von Cumarin 229.
Wilson, J. B. und Keenan, G. L. Bestimmung von β-Ionon in Handelsprodukten 228.
Winkler, L. W. Bestimmung freier Kohlensäure in Wasser 350, 369. — Bestimmung des Cadmiums 371.
Winogradowa, Je. W. siehe Terentjew, A. P.; Galpern, G. D.
Winter, H. und Mönnig, H. Vergleichende Zündpunktbestimmungen 72.
Wirtz, H. Bestimmung von Tantal und Niob in Ferrotantal, Ferroniob und Ferrotantalniob 114.
Witenberg, R. siehe Bunzelman, N.
Wittenberger, W. Chemische Laboratoriumstechnik 427 [L].
Wittenhaus, H. Qualitätsansprüche an Kies und Sand für Bauzwecke 151. — Beurteilung von Kies und Sand 152.
Woidich, K. Bestimmung des Kreatinins mit dem lichtelektrischen Colorimeter nach Lange 60.
Wolf, A. siehe Spengler, O.
Woltmann, F. siehe Jenckel, E.
Woodberry, N. T. siehe Russell, W. W.
Wright, G. F. siehe White, E. V.
Wright, H. L. Invertzuckerbestimmung in Diffusions-, Dünn- und Dicksäften und Melassen 234.
Wu, H. siehe Folin, O.

Xiezopolski, K. und Cichocki, M. Invertzuckerbestimmung 235.

Yamaguti, E. Elementaranalyse 133.
Ynalvez, L. A. Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl 135.
Yost, D. M. siehe Schott, H. F.

Zablinsky, K. siehe Spengler, O.
Zacherl, M. K. und Krainick, H. G. Mikrobestimmung von Chlor und Brom in organischen Substanzen 35.
Zaffuto, G. Schnellbestimmung von Schwefel und Kohlenstoff in Eisenprodukten 117.
Zaleski, J. Saccharose- und Invertzuckerbestimmung in Weißzuckern 234.
Zamaron, J. Einfluß der Temperatur auf die refraktometrische Bestimmung und das Volumen der Zuckerlösung 230.
Zawadzki, J. und Lukaszewicz, W. Bestimmung von freiem Calciumoxyd 42.
Zerban, F. W. und Sattler, L. Analyse von Zuckergemischen 296.
Ziegelmayer, W. Unsere Lebensmittel und ihre Veränderungen. 3. Aufl. 458 [L].
Zweig, S. und Taub, A. Bestimmung der technisch wichtigsten Wachse in Mischungen 67.

Sachverzeichnis.

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen.)

Abbindewärme, Bestimmung von Zement 152.
Abführmittel, Bestimmung kleiner Mengen Phenolphthalein 464.
Abwässer, colorimetrische Bestimmung von Formol 77.
Acetylarsan, Bestimmung mittels Reineckesalzes 54.
Acetylen, Bestimmung in flüssigem Sauerstoff 48.
Acetylmethylcarbinol, Bestimmung in Gärungsessigen 219.
Acidimetrie, Anwendung von o-Chlorbenzoesäure als Urtitersubstanz 260.
Aciditätscharakter, Mikrobestimmung von organischen Farbstoffen 58, 59.
Ätherische Öle, Nachweis und Bestimmung von α-Phellandren 57. — Prüfung durch Messung der Ultraviolett-Absorption 58. — Bewertung nach der chemischen Analyse 58.
Äthylurethan, Identifizierung und Bestimmung neben Diallylbarbitursäure und Phenyläthylbarbitursäure 79.
Aliphatische Säuren, Unterscheidung von primären, sekundären und tertiären 205.
Alkali, freies, Bestimmung, in gefärbten Wachsemulsionen 67; in Seifen 236.
Alkaloide, Bestimmung im Kakao 315. — Stickstoffhaltige, Untersuchung und Bestimmung mittels Reineckesalzes 54.
Alkohol, Bestimmung von Wasser 298.
Alkylhalogenide, Identifizierung 62.
Alkylnitrite, Identifizierung 63.
Allgemeine und physikalische Chemie (Werner Schulze) 426 [L].
Alterungsvorgänge, Bewertung von Lebensmitteln 223.
Aluminium, Tüpfelnachweis im Stahl 118, 119.
Aluminiumfluorid, Bestimmung des Fluors als PbClF durch Fällung mit Bleiacetatlösung 161.
Aluminiumoxyd, Bestimmung in Portlandzement 153.
Ameisensäure, Bestimmung 455.
Amidstickstoff, colorimetrische Bestimmung in der Rübe 232.
Amine, Identifizierung 62. — Bestimmung mittels Reineckesalzes 54. — Aromatische, Farbreaktion 49. — Titration mit Salpetersäure 51. — Primäre, colorimetrischer Nachweis 50.
Aminoguanidin, volumetrische Bestimmung 51.
Aminosäuren, Bestimmung 454; titrimetrische nach der Perchlorat-Essigsäure-Methode 50; gasometrische von Carboxylgruppen 209.
β-Aminosäuren, Bestimmung mittels Reineckesalzes 54.
Ammoniak, Bestimmung, bromometrische 135; von freiem und als Salz vorliegendem 442; Mikrobestimmung in Gegenwart aliphatischer Amine 50.
Analytische Chemie, Handbuch (R. Fresenius und G. Jander) 433 [L].
Aneurin, Bestimmung, unter Verwendung des gläsernen Fluorescenzstandards 23; in Arzneipräparaten 77.
Anilin, Bestimmung mittels Reineckesalzes 54.
Anionen, organische, mikro-krystalloskopischer Nachweis 210.
Anorganische Chemie, Lehrbuch (H. Remy) 432 [L]. — (W. Klemm) 435 [L].
Anstriche, Prüfung auf Wetterbeständigkeit 143.
Antimon, Bestimmung 186; Schnellbestimmung in Letternmetallen 156.
Aprikosen, Zusammensetzung 381.
Aprikosenkernöl, Nachweis in Mandelöl 460.
Arsaminol, Bestimmung mittels Reineckesalzes 54.

Arsen, Bestimmung, cerimetrische nach Reduktion mit Hypophosphitreagens 193; gleichzeitige neben Chlor und Stickstoff in Organoarsenverbindungen 136; in Eisenerzen 112.
Arsen^{III}-sulfid, thermisches Verhalten 98.
Arzneipräparate, Bestimmung von Aneurin (Vitamin B_1) 77.
Asche, Bestimmung, in Nahrungsmitteln 227; in Phosphor enthaltenden Stoffen 227.
Aschengehalt, Bestimmung, in Rohzucker-Nacherzeugnissen und Melassen 230; konduktometrische in Rohrmelassen 230.
Ascorbinsäure, Bestimmung in Würzen und Weinen 213.
Atropin, Bestimmung mittels Reineckesalzes 55.
Azofarbstoffe, Identifizierung 59.

Backfette, schaumige, Bestimmung des Luftgehaltes 459.
Barium, photometrische Bestimmung 278.
Basen, stickstoffhaltige organische, Untersuchung und Bestimmung mittels Reineckesalzes 54.
Baumwolle, Fluidität in Dimethyldibenzylammoniumhydroxyd 148.
Baustoffe, feuerfeste, Untersuchung und Prüfung 153.
Beryllium, spektralanalytischer Nachweis geringer Mengen in Magnesiumlegierungen 44.
Beschleuniger, organische, Nachweis von Hexamethylentetramin 61.
Bildungswärme, Bestimmung von natürlichen Brennstoffen 73.
Biologisches Material, Nachweis von Stickstoff mit Hilfe der Neßler-Reaktion 133.
Birnen, eingemachte, Messung der Sandigkeit 312.
Biuretreaktion, Untersuchung bei niedrigmolekularen organischen Substanzen 64.
Blei, Mikronachweis 197. — Elektrometrische Bestimmung kleiner Mengen in Nahrungsmitteln 221; Schnellbestimmung in Lettermetallen 156. — Trennung von Kupfer, Cadmium und Eisen als Bleichromat 370.
Brechungsindex von Tomatenkonserven 311.
Brennstoffe, natürliche, Bestimmung der Bildungswärme 73.
Brenzcatechin, Nachweis, mit Metaldehyd 241; mit Phloroglucin 242.
Brom, Mikrobestimmung in organischen Stoffen 203.
Brombeeren, Zusammensetzung 381.
Brucin, Bestimmung mittels Reineckesalzes 55.
Brühwürste, Bestimmung, der Feder-Zahl 306; des Mineralstoffgehaltes 309.

Cadmium, Bestimmung neben Blei 370. — Trennung von Zink mit Hilfe von granuliertem Aluminium 124.
Cadmium-Reduktor, zur Bestimmung von Natrium geeigneter 439.
Cadmiumüberzüge, Messung der Dicke auf Stahl 120.
Caesium, mikrochemische Reaktionen 442.
Calcium, Bestimmung von „Submikromengen" 443.
Calciumoxyd, Bestimmung geringer Mengen in Chromatlösungen 43. — Freies, Bestimmung 42.
Campher, Bestimmung in alkoholischen Lösungen 463.
Capillaranalyse, Anwendung zur Untersuchung von Lebensmittelfarbstoffen 225.
Capillarviscosimeter 288.
Carbonsäuren, einbasische aliphatische, Identifizierung 63.
Carboxylgruppen, gasometrische Bestimmung in Aminosäuren 209.
Cellulosederivate, Nachweis in Lebensmitteln 218.
Cer, elektrolytische Oxydation 40.
Chavicolmethyläther, Nachweis in ungereinigten Terpentinölen 301, 302.
Chemisches Praktikum für Mediziner (W. Hurka) 288 [L].
Chinin, Mikroreaktion 384. — Bestimmung mittels Reineckesalzes 55.
Chlor, gleichzeitige Bestimmung neben Stickstoff und Arsen in Organoarsenverbindungen 136; Mikrobestimmung in organischen Stoffen 203.
o-Chlorbenzoesäure, Anwendung als Urtitersubstanz, für die Acidimetrie 260; für die Jodometrie 267.

Chloride, Bestimmung in Nahrungsmitteln 227; Schnellbestimmung in Tomatenerzeugnissen 312.
Chlor-Ion, mercurimetrische Bestimmung mit $Hg(NO_3)_2$ 44.
Chloroform, Schnellbestimmung in Luft 225.
Chrom, Tüpfelnachweis im Stahl 118, 119. — Bestimmung in Stahl nach der Persulfat-Arsenit-Methode 112; photometrische Schnellbestimmung in Stahl 112.
Chromatlösungen, Bestimmung geringer Calciumoxydmengen 43.
Chromatographische Adsorptionsanalyse, Nachweis der künstlichen Färbung von Lebensmitteln 226. — Anwendung auf verschiedene Lebensmittel 225.
Chrysanthemum-Monocarbonsäure. Zerstörende Wirkung der Wasserdampfdestillation bei der Trennung der Chrysanthemum-carbonsäuren 205, 206.
Citronensäfte, refraktometrische Bestimmung der festen Stoffe 225.
Citronensäure, titrimetrische Bestimmung 222.
Citronensäurelösung, 2%ige, mit Calciumcitrat gesättigte, lösende Wirkung auf Phosphatdüngemittel 245.
Cocain, Bestimmung mittels Reineckesalzes 55.
Coffein, Schnellbestimmung im Tee 314.
Colorimetrie und Spektralphotometrie (G. Kortüm) 424 [L].
Colorimetrische Methoden, Arbeit und Leistung 385.
Cumarin, Mikroschnellbestimmung in Melilotussamen und grünen Pflanzen 238.

Destillationsgerät zur Destillation im Vakuum und unter Atmosphärendruck 374.
Destillationskolonne 373.
Destillations- und Extraktionsapparat 430.
Dextrose, Bestimmung in Zuckergemischen 296.
Diabetikermehl und -brot, Vorherbestimmung der löslichen und unlöslichen Zucker 234.
Diäthylcarbinol, Nachweis von Methyl-isopropylcarbinol 299.
Diallylbarbitursäure, Identifizierung und Bestimmung neben Phenyläthylbarbitursäure und Äthylurethan 79.
Dicalciumphosphate, lösende Wirkung von 2%iger, mit Calciumcitrat gesättigter Citronensäurelösung 252.
Dielkometrie, Grundlagen und Methoden 66.
Dienkohlenwasserstoffe, diazometrische Bestimmung 46; Bestimmung in Pyrolysebenzin 47.
Dilatometer zur Untersuchung von Gläsern 155.
Dimethylmaleinsäureanhydrid, Reaktionen mit Organometallverbindungen 211.
Dinitronaphthalin, Bestimmung des Stickstoffs nach Kjeldahl durch Reduktion mit Zink 135.
Dinitro-4,4′-stilbendisulfo-2,2′-säure (DNS), analytische Kontrolle der Herstellung 207.
Diolefine, höhere, titrimetrische Bestimmung 47.
Diphenylin, colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen neben Benzidin 65.
Divinyläther, Bestimmung von Vinylchlorid 204.
Dolomite, Bestimmung von Magnesium 192.

Edelmetalle, Mikroanalyse 444. — Salpetersäurescheidung von Probierkörnern, die außer Silber und Gold noch Platinmetalle enthalten 188.
Eidotter, Bestimmung des Farbstoffes 226.
Eieralbumin, Schnelldialyse 52, 54.
Einschlüsse, krystalline, mikrochemische Analyse in Seifenriegeln 316, 317.
Eisen, Bestimmung, neben Blei 370; der Dichte und der Auflagestärke von korrosionsschützenden Überzügen 138; colorimetrische in der Luft von Elektroschweißzechen 121. — Bogen- und Funkenspektrum (F. Gössler) 426 [L]. — Fehlerquellen bei der maßanalytischen Bestimmung 435.
Eisenbleche, Bestimmung von Zinnüberzügen 140.
Eisenerze, Bestimmung von Arsen 112.
Eisenoxyd, Bestimmung in Portlandzement 153.
Eisenprodukte, Schnellbestimmung von Schwefel und Kohlenstoff 117.

Eisenteilchen, metallische, Vorkommen in Schokoladenerzeugnissen 316.
Eiweiß (Reineiweiß), Bestimmung bei Verwendung der Metaphosphorsäure als Fällungsmittel 214.
Eiweißstoffe von Ölsamen, Bestimmung der Wärmedenaturierung 460.
Elektrochemisches Praktikum (Erich Müller) 426 [L].
Elektroschweißzechen, colorimetrische Bestimmung des in der Luft enthaltenen Mangans, Titans und Eisens 121.
Elementaranalyse, Mikrobestimmung von Sauerstoff 129. — Vereinfachung des Verfahrens nach Dennstedt 133.
Emissionsspektralanalyse, Anwendung für Glasanalysen 155.
Empfindlichkeit chemischer Reaktionen 336.
Endbagasse, Analyse 231.
Erdbeeren, Zusammensetzung 381.
Erdöl, Entfernung von Isopropylbenzol mit Silicagel 67.
Erdölprodukte, Einfluß des Gehaltes an Schwefel und Schwefelverbindungen auf gewisse Korrosionsteste 141.
Erze, Bestimmung geringer Mengen Kobalt 43.
Essig, katadynisierter, Bestimmung von Silber 218. — Schätzung von Essigälchen 219. — Gärungsessig, Bestimmung von Acetylmethylcarbinol 219.
Essigälchen, quantitative Schätzung in handelsüblichen Essigen 219.
Ester, Bestimmung 300. — Schwer verseifbare, Verseifungsmethode 300.
Europium, Mikronachweis in Gemischen seltener Erden 294.
Extraktions- und Destillationsapparat 430.

Farbstoff, Bestimmung in frischem und gefrorenem Eidotter 226.
Farbstoffe, organische, Mikrobestimmung des Aciditätscharakters 58, 59.
Farbstoffkomponenten, Bestimmung in Gewürzpaprika 226.
Feder-Zahl, Bestimmung in Brühwürsten 306.
Ferrolegierungen, potentiometrische Schnellbestimmung von Vanadin 111.
Ferromangan, Bestimmung von Vanadin 111.
Ferroniob, Bestimmung von Tantal und Niob 114.
Ferrosilicium, mittel- und hochprozentiges, Schnellbestimmung des Siliciums 168.
Ferrotantal, Bestimmung von Tantal und Niob 114.
Ferrotantalniob, Bestimmung von Tantal und Niob 114.
Ferrowolfram, Bestimmung des Sauerstoffs 120.
Fette, Nachweis von Nickel 305. — Bestimmung 458; des Unverseifbaren 459; der Jodzahl 459; der Schmelztemperatur 459; im Kakao 315; in Milch- und Sahnekaramellen 382; refraktometrische Bestimmung 214; in Zuchtmaterial 214. — Dilatometrische Untersuchung 458. — Jodadditionszahl 459. — Photochemische Studien über die Ranzidität 459. — Dielkometrische Analyse 66.
Fettgehalt, Schnellbestimmung in Wurstwaren 306.
Fettsäuren, flüchtige, Bestimmung zur Beurteilung der Verdorbenheit von Heringsrogenkonserven 310.
Feuchtigkeit, Messung in staubhaltigen Industriegasen 75.
Feuerfeste Baustoffe, Untersuchung und Prüfung 153.
Fischfäulnis, Bestimmung durch Titration von Trimethylamin 310.
Fischkonserven, Bestimmung von Trimethylamin und Trimethylaminoxyd 309.
Flammenbogen, Anwendung für Glasanalysen 155.
Fleisch, mechanische Messung der Zähigkeit 308. — Mit Natriumfluorid verunreinigtes, Untersuchung und Bewertung 306.
Fleischbrüherzeugnisse, Beurteilung 307.
Fleischextrakt, Unterscheidung der verschiedenen Protidstickstoff-Fraktionen 307.
Fleischwaren, Schnellbestimmung des Wasser-Eiweiß-Verhältnisses 308. — Mechanische Messung der Zähigkeit 308.
Fluor, Gehalt in Fleisch 306. — Bestimmung in Aluminiumfluorid als PbClF durch Fällung mit Bleiacetatlösung 161.

Fluorescenz-Standard, gläserner, Verwendung bei der Bestimmung von Aneurin (Vitamin B_1) 23.
Flußsäure, Nachweis mit Hilfe der Tetrafluorid- und der Öltropfenprobe 321, 332.
Formaldehyd, Bestimmung in verdünnten Lösungen und in Gegenwart störender Substanzen 302.
Formol, colorimetrische Bestimmung in Abwässern 77.
Fraktionierapparat für normalen und verminderten Druck 428.
Fruchterzeugnisse, p_H-Werte 312.
Fruchtgehalt, Bestimmung in Marmeladen 381.
Fruchtsaftgehalt, Bestimmung in Tafelgetränken 228.
Fruchtsaftlimonade, katadynisierte, Bestimmung von Silber 218.
Fructose, Bestimmung in verschiedenen Nahrungsmitteln 235.
Früchte, p_H-Werte 312.

Gärungsessige, Bestimmung von Acetylmethylcarbinol 219.
Gasanalyse, technische, durch Messung des Wärmeleitvermögens 75.
Gasanalytisches Praktikum (G. Wagner) 287 [L].
Gase, Bestimmung kleiner Konzentrationen von Methan 48. — Analyse, der in geschmolzenem Stahl enthaltenen 120; der aus Stahl isolierten 120. — Technische, Bestimmung von Kohlenoxyd und Sauerstoff 74.
Gebäcke, Bestimmung des Zuckerzusatzes 220.
Gemüse, p_H-Werte 312.
Gemüsekonservierung, Bedeutung der abspaltbaren Schwefelverbindungen 311.
Gerbstoffe, wasserlösliche, Bestimmung im Kakao nach dem Cinchoninverfahren 314.
Geschmacksstoffe, Identifizierung in Handelsprodukten 228.
Gewürzpaprika, Bestimmung der Farbstoffkomponenten 226.
Gläser, Dilatometer zur Untersuchung 155.
Glasanalysen, Verwendung des Flammenbogens 155.
Glucose, Bestimmung, volumetrische 416; in verschiedenen Nahrungsmitteln 235.
Glühphosphate, lösende Wirkung von 2%iger, mit Calciumcitrat gesättigter Citronensäurelösung 254.
Glykokoll, Bestimmung in Nahrungsmitteln 214.
Gold, Mikro-Fällungsreaktionen 449, 452.
Guanidin, Bestimmung mittels Reineckesalzes 54.
Güte, Bewertung von Lebensmitteln 223.
Gur (primitives Rohzuckerprodukt), Bestimmung des Wassergehaltes 230.
Gußeisen, potentiometrische Schnellbestimmung von Vanadin 111.

Härte, Messung von Kunstharzpreßstoffen 150.
Halbmikro-Sublimationsapparat 377.
Halogen, gleichzeitiger Nachweis neben Stickstoff und Schwefel in organischen Substanzen durch Hydrierung 453. — Bestimmung in organischen Substanzen 136; Mikrobestimmung im organischen Molekül 32.
Halogenderivate, organische, Bestimmung des Gehaltes in Gegenwart von elementarem Schwefel 203.
Handelspektine, Wertbestimmung 217.
Handelsprodukte, Identifizierung von Geschmacksstoffen 228.
Harnstoff, Reaktion mit Natriumnitroprussiat 49. — Strukturformel 49.
Heizgerät 431.
Heringsrogenkonserven, Beurteilung der Verdorbenheit durch Bestimmung der flüchtigen Fettsäuren 310.
Hexamethylentetramin, Nachweis in organischen Beschleunigern 61. — Quantitative Analyse 62. — Untersuchung der Additionsverbindungen mit Salzsäure und Calciumchlorid 61.
Himbeeren, Zusammensetzung 381.
Hochnitrierte Stoffe, Bestimmung des Stickstoffs nach H. ter Meulen 136.
Honig, Untersuchung, von Vitamin C enthaltendem 216; der reduzierenden Substanz 217. — Reduktionsvermögen von Zuckerfütterungs- und unreifen Honigen 216.
Honigdiastase, Untersuchung 215.
H-Säure, mikroskopische Identifizierung 206, 207.

Hydrochinon, Nachweis, mit o-Phthalaldehyd 243; mit Phloroglucin 244.

Industriegase, staubhaltige, Messung der Feuchtigkeit 75.
Invertzucker, Bestimmung, titrimetrische 235; in Weißzuckern 234.
β-Ionon, Bestimmung in Handelsprodukten 228.
Iridium, Mikro-Fällungsreaktionen 447, 450.
Isopropylalkohol, Charakterisierung und Unterscheidung von Normal-Propylalkohol durch QuecksilberII-sulfat 299.
Isopropylbenzol, Entfernung aus Erdöl mit Silicagel 67.

Jod, Bestimmung in organischen Substanzen 202.
Jodadditionszahl von Fetten 459.
Jodate, konduktometrische Bestimmung mit starken Säuren 256.
Jodide, maßanalytische Bestimmung 1; in Gemischen 44.
Jod-Luft-Untersuchungen 89.
Jodometrie, Anwendung von o-Chlorbenzoesäure als Urtitersubstanz 267.
Jodzahl, Bestimmung für Öle und Fette 459.
Johannisbeeren, Zusammensetzung 381.

Kaffee, Bestimmung in Kaffeemischungen und Ersatzmitteln 312.
Kaffee-Ersatzstoffe, Bestimmung, des Kaffees 312; der Rohfaser 313.
Kaffeemischungen, Bestimmung des Kaffees 312.
Kakao, Bestimmung, der wasserlöslichen Gerbstoffe nach dem Cinchoninverfahren 314; des Fettes 315; der gesamten Alkaloide 315.
Kakaoindustrie, Bestimmung des Fettgehaltes in Rohstoffen und Erzeugnissen 315.
Kakaopulver, Bestimmung des Kakaoschalengehaltes 314.
Kakaoschalengehalt, Bestimmung in Kakaopulver 314.
Kalium, jodometrische Bestimmung kleiner Mengen 122; mikroskopische Bestimmung 438. — Leichtlösliches, Bestimmung in Rohsalzen 42.
Kalk, Mikrobestimmung in Zuckersäften mittels Seifenlösung 231.
Kartoffeln, getrocknete, Bestimmung der Stärke 311. — Solaninhaltige 225.
Kastanienmehl, gemeinsame Reaktionen der Mehle der echten Kastanie und der Roßkastanie 223.
Kies, Prüfung auf organische Verunreinigungen mittels Natronlauge 151. — Geräte und Methoden zur Beurteilung 152. — Beurteilung als Baustoff 151.
Kieselsäure, Nachweis mit Hilfe der Tetrafluorid- und der Öltropfenprobe 321. — Bestimmung, nach der Silicomolybdatmethode 194; in Portlandzement 153. — Schnellfällung durch spontane Koagulation 93.
Knochenmehle, lösende Wirkung von 2%iger, mit Calciumcitrat gesättigter Citronensäurelösung 251.
Knochenteilchen, Nachweis in Wurst 309.
Kobalt, Nachweis von kleinen Mengen Nickel 185. — Bestimmung geringer Mengen, in Erzen, Konzentraten und Rückständen 43; in Gegenwart großer Mengen Eisen 43.
Kochprozeß, Kontrolle in der Zuckerfabrikation 230.
Kohlendioxyd, luftfreies, Herstellung aus dem Kippschen Apparat für die Stickstoffbestimmung nach Dumas 5, 405.
Kohlenoxyd, Bestimmung in technischen Gasen 74.
Kohlensäure, freie, Bestimmung in Wasser 349.
Kohlenstoff, Bestimmung neben Stickstoff in organischen Stoffen in derselben Probe 200; Schnellbestimmung in Eisenprodukten 117.
Kohlenstoff und Silicium (R. Schwarz) 428 [L].
Kohlenwasserstoffe, Bestimmung, des Grades der Ungesättigtheit 47; im Unverseifbaren 304. — Individuelle, Bestimmung 46. — Verflüssigte, physikalische Methode zum Trocknen 44.
Konserven, Bestimmung von Kupfer nach der Dithizonmethode 224.
Konzentrate, Bestimmung geringer Mengen Kobalt 43.
Korngröße, Bestimmung in Suspensionen durch Anwendung der Zentrifuge 155.
Korrosionsprüfung. Bestimmung des Schlackenangriffs nach dem Tiegelverfahren 143. — Prüfung von Anstrichen auf Wetterbeständigkeit

143. — Kurzprüfung von Rostschutzpigmenten 145. — Vereinheitlichung und Normung 137. — Ausführung der oxydischen Kochsalzprobe 142. — Einfluß des Gehaltes an Schwefel und Schwefelverbindungen in Erdölprodukten auf den Destillations-, den Kupferstreifen- und den Doktor-Korrosionstest 141.
Korrosionsschützende Überzüge, Bestimmung der Dichte und der Auflagestärke 138.
Kreatinin, colorimetrische Bestimmung 60. — Untersuchung der Jaffeschen Reaktion 61.
Krokant, Bestimmung des Gehaltes an Samenkernen 383.
Kunstharzpreßstoffe, Messung der Härte 150.
Kunsthonig, Eignung von Erkennungsmitteln 215.
Kunststoff-Folien, Bestimmung der Wasserdurchlässigkeit 149.
Kupfer, Tüpfelnachweis im Stahl 118, 119. — Bestimmung, neben Blei 370; von Zinnüberzügen 141; in Konserven nach der Dithizonmethode 224; elektrometrische Bestimmung kleiner Mengen in Nahrungsmitteln 221. — Untersuchung der colorimetrischen Bestimmung 389. — Feststellung der Poren in Überzügen aus Zinn 139.
Kupferüberzüge, Bestimmung der Dichte und Auflagestärke auf Eisen 138. — Prüfung 140.

Laboratoriumstechnik (W. Wittenberger) 427 [L]. — Organisch-chemische (K. Bernhauer) 296 [L].
Lactose, Bestimmung, maßanalytische 235; in Zuckergemischen 296.
Lävulose, Bestimmung in Zuckergemischen 296.
Latschenkiefernöl, Untersuchung 76.
Lebensmittel, chromatographischer Nachweis der künstlichen Färbung 226; Nachweis, von Cellulosederivaten 218; von Nickel 305; von Sudanrot 221. — Mikro-Kjeldahlbestimmung 224. — Schwefelgehalt als analytische Kennzahl 221. — Bewertung von Güte, Reifungs- und Alterungsvorgängen 223. — Untersuchung mit Hilfe der chromatographischen Adsorptionsanalyse 225. — Lebensmittel und ihre Veränderungen (W. Ziegelmayer) 458 [L].
Lebensmittelchemie, Bestimmung des Unverseifbaren 304. — Methoden (R. Strohecker) 303 [L]. — Handbuch (Bömer-Juckenack-Tillmans) 457 [L]. — Laboratoriumsbuch (A. Beythien) 457 [L].
Lebensmittelfarbstoffe, Capillaranalyse 225. — Identifizierung mit Hilfe der Lumineszenz-, Capillar- und chromatographischen Analyse 227.
Leichtmetalle, Prüfung, auf Seeklima- und Seewasserbeständigkeit 137; von oxydierten Deckschichten 139.
Leichtmetall-Legierungen, Bestimmung von Silicium 93.
Leinöl, Schnellbestimmung von Phosphor mittels der Sauerstoffbombe 66.
Lettenmetalle, Schnellanalyse 156.
Limonaden, katadynisierte, Bestimmung von Silber 218.
Linolsäure, Eigenschaften und Bestimmungen 204.
Lösungen, alkoholische, Bestimmung von Campher 463. — Verdünnte, Bestimmung von Formaldehyd 302.
Lösungsdauer, Bestimmung von Zuckerwürfeln 232.
Luft, Schnellbestimmung von Chloroform 225. — Untersuchung des Jodgehaltes 89. — Von Elektroschweißzechen, colorimetrische Bestimmung von Mangan, Titan und Eisen 121.
Luftgehalt, Bestimmung in schaumigen Backfetten 459.

Magermilchpulver, Nachweis und Bestimmung in Wurst 308.
Magnesium, Bestimmung in Dolomiten nach einem elektrischen Verfahren 192; colorimetrische Mikrobestimmung 444.
Magnesiumlegierungen, spektralanalytischer Nachweis geringer Mengen Beryllium 44.
Mahlfeinheit, Bestimmung mit dem Trübungsmesser 155.
Maleinsäureanhydrid, Reaktionen mit Organometallverbindungen 211.
Maltose, Bestimmung in Zuckergemischen 296.
Mandeln, gebrannte, Bestimmung des Gehaltes an Samenkernen 383.
Mandelöl, Nachweis von Aprikosenkernöl 460.
Mangan, Tüpfelnachweis im Stahl 118, 119. — Bestimmung, colorimetrische mit Formaldoxim 158; in Stah

nach der Persulfat-Arsenit-Methode 112; colorimetrische in der Luft von Elektroschweißzechen 121; photometrische Schnellbestimmung in Stahl 112.
Manganoxyde, höhere, in der Silicatgesteins-Analyse 81.
Mangansulfid, Filtration 110.
Mannit, polarimetrische Bestimmung in Naturprodukten 233.
Marmeladen, Bestimmung des Fruchtgehaltes 381. — Untersuchung 382.
Maßanalyse, Anleitung (L. Medicus) 383 [L].
Medizinerpraktikum, chemisches (W. Hurka) 288 [L].
Melassen, Bestimmung, des Aschegehaltes 230; des Wassergehaltes 230; polarimetrische Bestimmung von Mannit 233.
Melilotsäure, Mikroschnellbestimmung in Melilotussamen und grünen Pflanzen 238.
Melilotussamen, Mikroschnellbestimmung von Cumarin und Melilotsäure 238.
Messingüberzüge, Bestimmung der Dichte und Auflagestärke auf Eisen 138.
Metalle, Analyse (Chemiker-Fachausschuß des Metall und Erz e. V.) 291 [L].
Metallographie, Anwendung fluorescenzanalytischer Methoden 156.
Methan, Bestimmung kleiner Konzentrationen in Gasen 48.
Methoxyl, Bestimmung 202.
Methylchavicol, Nachweis in ungereinigten Terpentinölen 301, 302.
Methylenblau, volumetrische Bestimmung 65.
Methyl-isopropylcarbinol, Nachweis in Diäthylcarbinol 299.
Mikro-Destillationsapparat 429.
Mikro-Extraktionsapparat 374.
Mikro-Scheidetrichter 374.
Mikro-Sublimationsapparat 375.
Milchkaramellen, Fettbestimmung 382.
Mineralphosphate, lösende Wirkung von 2%iger, mit Calciumcitrat gesättigter Citronensäurelösung 250.
Mineralstoffgehalt, Bestimmung in Brühwürsten 309.
Molybdän, Tüpfelnachweis im Stahl 118, 119.
Morphin, Bestimmung mittels Reineckesalzes 55.
Nahrungsmittel, Bestimmung, von Glykokoll 214; der Asche 227; von Chloriden 227; des Riboflavingehaltes 229; von Fructose und Glucose 235; elektrometrische Bestimmung kleiner Kupfer- und Bleimengen 221; jodometrische Bestimmung von Zink 221.
Naphthalinsulfonsäuren, substituierte, mikroskopische Identifizierung 206.
Natrium, maßanalytische Bestimmung im Tropfenmaßstab 439.
Natriumnitroprussiat, Reaktion mit organischen Stoffen 48.
Nickel, Nachweis, kleiner Mengen neben viel Kobalt 185; in Fetten und anderen Lebensmitteln 305; Tüpfelnachweis im Stahl 118, 119. — Bestimmung in Nickelbädern 43. — Mikrogravimetrische Trennung von Uran 293.
Nickelbäder, Bestimmung des Nickels 43.
Nickelkatalysatoren, Bestimmung der Aktivität 460.
Niob, Bestimmung in Ferrotantal, Ferroniob und Ferrotantalniob 114.
Nitroprussid, Reaktion mit organischen Stoffen 48.
Nomenklatur anorganischer Verbindungen (H. Remy) 428 [L].
Normal-Propylalkohol, Charakterisierung und Unterscheidung von Isopropylalkohol durch Quecksilber II-sulfat 299.
Novocain, colorimetrischer Nachweis 50.

Öle, Bestimmung der Jodzahl 459. — Untersuchung der Lichtbrechung des Unverseifbaren 215. — Dielkometrische Analyse 66. — Ätherische, Nachweis und Bestimmung von α-Phellandren 57. — Prüfung durch Messung der Ultraviolett-Absorption 58. — Bewertung nach der chemischen Analyse 58.
Ölsamen, Bestimmung der Wärmedenaturierung der Eiweißstoffe 460.
Olivenöle, Nachweis einer Verfälschung 460.
Organisch-chemische Laboratoriumstechnik (K. Bernhauer) 296 [L].
Organische Anionen, mikro-krystalloskopischer Nachweis 210.
Organische Basen, stickstoffhaltige, Untersuchung und Bestimmung mittels Reineckesalzes 54.

Organische Farbstoffe, Mikrobestimmung des Aciditätscharakters 58, 59.
Organische Flüssigkeiten, Bestimmung der Lösefähigkeiten für Celluloseester mittels eines Überlaufviscosimeters 290.
Organische Halogenderivate, Bestimmung des Gehaltes in Gegenwart von elementarem Schwefel 203.
Organische Säureanhydride, Untersuchung der Reaktion mit Anilen 210.
Organische Säuren, Identifizierung 62, 63.
Organische Stoffe, Bestimmung, von Stickstoff 199; von Stickstoff und Kohlenstoff in derselben Probe 200; von Phosphor 202; von Methoxyl 202; von Jod 202; Mikrobestimmung, von Stickstoff 199; von Chlor und Brom 203. — Flüchtige, Bestimmung von Halogen 203.
Organische Substanzen, gleichzeitiger Nachweis von Stickstoff, Schwefel und Halogen durch Hydrierung 453. — Bestimmung des Halogens 136; direkte Mikrobestimmung von Sauerstoff durch Hydrierung 129. — Mikromethoden zur Kennzeichnung (L. Kofler) 453 [L]. — Niedrigmolekulare, Untersuchung der Biuretreaktion 64.
Organische Verbindungen, Nachweis von Stickstoff 133; Reaktionen und Reagenzien zum Nachweis 241. — Bestimmung von Stickstoff nach Kjeldahl unter Anwendung von Katalysatoren 134, 135; Mikrobestimmung von Halogen 32.
Organoarsenverbindungen, gleichzeitige Bestimmung von Chlor, Stickstoff und Arsen 136.
Organometallverbindungen, Reaktionen mit Malein- und Dimethylmaleinsäureanhydrid 211.
Osmium, Mikro-Fällungsreaktionen 449, 452. — Mikronachweis und -trennung von Ruthenium 195.
Oxydimetrie mittels Cerats 40.

Palladium, Mikro-Fällungsreaktionen 447, 451. — Bestimmung in Probierkörnern, die Silber, Gold und Platinmetalle enthalten 188, 189.
Papier, photocolorimetrische Bestimmung von Stärke 148.
Paprika, Bestimmung der Farbstoffkomponenten 226.
Paprikagehalt, Bestimmung in Würsten 308.
Pektine (Handelspektine), Wertbestimmung 217. — Unterscheidung von ähnlichen Produkten 217.
Pentosane, Bestimmung in nitrit- und nitrathaltigen Proben 298.
Pepton, Bestimmung mittels Reineckesalzes 54.
α-Phellandren, Nachweis und Bestimmung in ätherischen Ölen 57.
Phenol, Bestimmung, jodometrische 157; in Phenolaldehydharzen 208.
Phenolaldehydharze, Bestimmung von Phenol 208.
Phenolphthalein, Bestimmung kleiner Mengen in Gegenwart von Emodin und Chrysophansäure 464.
Phenyläthylbarbitursäure, Identifizierung und Bestimmung neben Diallylbarbitursäure und Äthylurethan 79.
Phenylhydrazin, Bestimmung mittels Reineckesalzes 54.
Phosphatdüngemittel, lösende Wirkung von 2%iger, mit Calciumcitrat gesättigter Citronensäurelösung 245.
Phosphatüberzüge, korrosionsschützende auf Eisen, Bestimmung der Undichtigkeiten 139.
Phosphor, Tüpfelnachweis im Stahl 118, 119. — Bestimmung in organischen Stoffen nach der Parr-Bombenmethode 202. — Schnellbestimmung in Leinöl mittels der Sauerstoffbombe 66.
Phosphorpentoxyd, Schnellbestimmung in Zuckerrohrsäften 232.
Phosphorsäure, Abscheidung als Wismutphosphat in der quantitativen Analyse 6. — Trennung von Kationen 12.
Phthalate, Analyse 209.
Phthalsäure, Nachweis, mit Hilfe der Fluoresceinreaktion 208; durch Phenolphthaleinbildung 209. — Bestimmung als Kaliumphthalat 208.
p_H-Wert von Früchten, Gemüsen und Erzeugnissen daraus 312.
Physik, Lehrbuch (H. A. Stuart) 425 [L].
Physikalische Chemie, Lehrbuch (H. Ulich) 287 [L]. — Grundriß (A. Eucken) 425 [L]. — Einführung (Jörn Lange) 425 [L]. — Allgemeine und physikalische Chemie (Werner Schulze) 426 [L].

Pikrinsäure, Bestimmung des Stickstoffs durch Oxydation mit Wasserstoffperoxyd 136.
Pilocarpin, Bestimmung mittels Reineckesalzes 55.
Platin, Mikro-Fällungsreaktionen 447, 450. — Bestimmung in Probierkörnern, die Silber, Gold und Platinmetalle enthalten 188, 189.
Portlandzement, Bestimmung, von Kieselsäure, Eisenoxyd, Aluminiumoxyd, Titanoxyd und Vanadinoxyd 153; der Tonerde (Preisausschreiben) 237.
Preisausschreiben, der Auerforschungsstiftung, Ergebnis 463; des Vereins Deutscher Portland-Zement-Fabrikanten 237.
Probierkörner, Silber, Gold und Platinmetalle enthaltende, Scheidung mit Salpetersäure 188.
Propylalkohol, Unterscheidung und Charakterisierung von Normal- und Isopropylalkohol durch Quecksilber II-sulfat 299.
Proteine, Bestimmung in Zuckerrübensäften 233. — Schnellmethode zur Dialyse 52.
Proteingemische, Bestimmung von Sojabohnenprotein 308.
Protidstickstoff-Fraktionen, Unterscheidung im Fleischextrakt und seinen Surrogaten 307.
Pyrolysebenzin, Bestimmung von Dienkohlenwasserstoffen 47.

Qualitative Analyse (R. Fresenius und A. Gehring unter Mitarbeit von O. Fuchs und Marianne Vulpius) 290 [L].
Quantitative Analyse, Praktikum (R. Strebinger) 292 [L]. — Ausführung (H. Biltz und W. Biltz) 434 [L].
Quecksilber, rhodantitrimetrische Bestimmung 406.
Quecksilbersulfid, thermisches Verhalten 98.

Ranzidität, photochemische Untersuchung 459.
Rapssamenkuchen, Bestimmung von Stickstoff 229.
Reaktionen, chemische, Empfindlichkeit 336.
Reifungsvorgänge, Bewertung von Lebensmitteln 223.
Reineiweiß, Bestimmung bei Verwendung der Metaphosphorsäure als Fällungsmittel 214.
Resorcin, Nachweis mit Brenzcatechin 242.
Rhodium, Mikro-Fällungsreaktionen 448, 451.
Riboflavin, Bestimmung des Gehaltes in Nahrungsmitteln 229.
Rohfaser, Bestimmung 313; in Kaffee-Ersatz- und Kaffee-Zusatzstoffen 313.
Rohrmelassen, konduktometrische Bestimmung des Aschegehaltes 230.
Rohsalze, Bestimmung des leichtlöslichen Kaliums 42.
Rohzucker-Nacherzeugnisse, Bestimmung des Aschegehaltes 230.
Rostschutzpigmente, Kurzprüfung 145.
R-Säure, mikroskopische Identifizierung 206, 207.
Rubidium, mikroskopischer Nachweis in Gegenwart von Caesium 441; mikrochemische Reaktionen 442.
Rückstände, Bestimmung geringer Mengen Kobalt 43.
Ruthenium, Mikro-Fällungsreaktionen 449, 451. — Mikronachweis und -trennung von Osmium 195.

Saccharose, Bestimmung in Weißzuckern 234; Schnellbestimmung in Schokolade 315.
Säureanhydride, organische, Untersuchung der Reaktion mit Anilen 210.
Säuren, aliphatische, Unterscheidung von primären, sekundären und tertiären 205. — Organische, Identifizierung 62.
Sahnekaramellen, Fettbestimmung 382.
Salpetersäure, colorimetrischer Nachweis kleiner Mengen 295.
Sand, Geräte und Methoden zur Beurteilung 152. — Beurteilung als Baustoff 151.
Sauerstoff, Bestimmung, in technischen Gasen 74; in Ferrowolfram 120; direkte Mikrobestimmung in organischen Substanzen durch Hydrierung 129. — Flüssiger, Bestimmung von Acetylen 48.
Schichtdicke, Bestimmung von korrosionsschützenden Überzügen 138, 139.

Schiedsverfahren (Chemiker-Fachausschuß des Metall und Erz e. V.) 291 [L].
Schlacken, potentiometrische Schnellbestimmung von Vanadin 111.
Schlackenangriff, Bestimmung nach dem Tiegelverfahren 143.
Schmelztemperatur, Bestimmung von Fetten 459.
Schokolade, Bestimmung, der vorhandenen Zuckerarten 234; des Wassergehaltes 315; Schnellbestimmung von Saccharose 315.
Schokoladenerzeugnisse, Vorkommen metallischer Eisenteilchen 316.
Schwefel, gleichzeitiger Nachweis neben Stickstoff und Halogen in organischen Substanzen durch Hydrierung 453; Tüpfelnachweis im Stahl 118, 119. — Bestimmung, in Stahl 117; in wäßrigen Schwefelsuspensionen 157; Schnellbestimmung in Eisenprodukten 117. — Einfluß des Gehaltes in Erdölprodukten auf gewisse Korrosionsteste 141.
Schwefelgehalt, Anwendung als analytische Kennzahl von Lebensmitteln 221.
Schwefelsäure, Abtrennung von Selensäure 38.
Schwefelsuspensionen, wäßrige, Bestimmung der Schwefelmengen 157.
Schwefelverbindungen, Einfluß des Gehaltes in Erdölprodukten auf gewisse Korrosionsteste 141. — Abspaltbare, Bedeutung bei der Gemüsekonservierung 311.
Schweflige Säure, gesamte, Bestimmung in Süßmosten 224.
Schwindung, Bestimmung von Zementmörteln beim Trocknen 153.
Sedimentationsanalyse 155, 156.
Seifen, Bestimmung des freien Alkalis 236.
Seifenanalyse 236.
Seifenriegel, mikrochemische Analyse von gefärbten Flecken und krystallinen Einschlüssen 316.
Selen, Mikrotitration 158.
Selenate, potentiometrische Bestimmung 104.
Selenocyanide, konduktometrische Titration mit Salzsäure 101.
Selensäure, Reaktion mit Silber-Ion und Abtrennung von Schwefelsäure 38.
Seltene Erden, Mikronachweis von Europium in Gemischen 294.
Semicarbazid, volumetrische Bestimmung 51.
Silber, Mikronachweis und -bestimmung mit Hilfe von mit reduzierenden Lösungen getränktem Filtrierpapier 377. — Bestimmung, in Probierkörnern, die außer Silber und Gold noch Platinmetalle enthalten 188; in katadynisierten Essigen und Fruchtsaftlimonaden 218; photometrische Mikrobestimmung 378.
Silberrhodanid, Umfällung mittels Natriumchlorids 190.
Silicatgesteins-Analyse, Vorkommen höherer Manganoxyde 81.
Silicium, Tüpfelnachweis im Stahl 118, 119. — Bestimmung in Leichtmetall-Legierungen 93; Schnellbestimmung in mittel- und hochprozentigem Ferrosilicium 168.
Silicium und Kohlenstoff (R. Schwarz) 428 [L].
Sirupe, Bestimmung des Wassergehaltes 230.
Sojabohnenmehl, Bestimmung von Stickstoff 229.
Sojabohnenprotein, Bestimmung in Wurst oder anderen Proteingemischen 308.
Speisefette, Untersuchung der Lichtbrechung des Unverseifbaren 215.
Spektralphotometrie und Colorimetrie (G. Kortüm) 424 [L].
Spektrographie. Bogen- und Funkenspektrum des Eisens mit Analysenlinien der wichtigsten Elemente (F. Gössler) 426 [L].
Stachelbeeren, Zusammensetzung 381.
Stadtgas, Bestimmung der Verbrennungstemperatur 72.
Stärke, Bestimmung 220; in getrockneten Kartoffeln 311; photocolorimetrische in Papier 148. — Faktoren für die Bestimmung ververschiedener Stärkearten 220.
Stärkesirup, Untersuchung auf Glucose, Maltose, Dextrin und Unvergärbares 235. — Berechnung nach Juckenack 224.
Stärkezucker, technischer, Untersuchung auf Glucose, Maltose, Dextrin und Unvergärbares 235.
Stahl, Reagens zum Nachweis von Vanadin 276. — Bestimmung, von Chrom und Mangan nach der Persulfat-Arsenit-Methode 112; von

Stickstoff 121; von Schwefel 117; photometrische Schnellbestimmung von Chrom und Mangan 112. — Tüpfelanalyse am Werkstück 118. — Messung der Dicke von Zink- und Cadmiumüberzügen 120. — Analyse der Gase 120. — Hochlegierter, potentiometrische Schnellbestimmung von Vanadin 111.

Stahlindustrie, chemische Analyse (R. Weihrich) 461 [L].

Steine, natürliche, Bewertung und Prüfung 151.

Stickstoff, Nachweis in organischen Verbindungen 133; gleichzeitiger Nachweis neben Schwefel und Halogen in organischen Substanzen durch Hydrierung 453. — Bestimmung, in organischen Stoffen 199; nach Kjeldahl unter Anwendung von Katalysatoren 134, 135; nach Kjeldahl mit Selen als Katalysator 199; neben Kohlenstoff in derselben Probe 200; in Sojabohnenmehl und Rapssamenkuchen 229; gleichzeitige neben Chlor und Arsen in Organoarsenverbindungen 136; nach Kjeldahl in Di- und Trinitronaphthalin durch Reduktion mit Zink 135; in Pikrinsäure durch Oxydation mit Wasserstoffperoxyd 136; nach H. ter Meulen in hochnitrierten Stoffen 136; in Stählen 121; Mikrobestimmung, nach Kjeldahl im Apparat von Parnas und Wagner 199; nach Kjeldahl in Lebensmitteln 224. — Stabilität der Neßler-Reaktion für photometrische Zwecke 133.

Sudanrot, Nachweis in Lebensmitteln 221.

Süßmoste, Bestimmung der gesamten schwefligen Säure 224.

Süßwarenindustrie, Bestimmung des Fettgehaltes in Rohstoffen und Erzeugnissen 315.

Sulfat, Bestimmung, nach der Tetrahydroxychinonmethode 126; bei Anwesenheit einiger störender Kationen 180, 373.

Suspensionen, Bestimmung der Korngröße durch Anwendung der Zentrifuge 155.

Tafelgetränke, Bestimmung des Fruchtsaftgehaltes 228.

Tantal, Bestimmung in Ferrotantal, Ferroniob und Ferrotantalniob 114.

Tee, Schnellbestimmung von Coffein 314.

Terpentinöle, Nachweis von Methylchavicol (Chavicolmethyläther) 301, 302.

Tetranitromethan, Bestimmung 56.

Thallium I-Ion, konduktometrische Bestimmung mit Alkalipseudohalogeniden 269.

Titan, Tüpfelnachweis im Stahl 118, 119. — Colorimetrische Bestimmung in der Luft von Elektroschweißzechen 121.

Titanoxyd, Bestimmung in Portlandzement 153.

α-Tocopherol, Bestimmung 213; maßanalytische 213.

Tomatenkonserven, Schnellbestimmung der Chloride 312. — Brechungsindex 311. — Vereinheitlichung der Untersuchungsmethoden 312.

Tonerde, Bestimmung in Portlandzement (Preisausschreiben) 237.

Torf, Kennzeichnung und Untersuchung 68.

Trichloräthylendämpfe, Bestimmung in Zimmerluft 65.

Trigonellin, Bestimmung mittels Reineckesalzes 55.

Trimethylamin, Bestimmung, in Fischkonserven 309; in Fischwaren zum Nachweis der Verdorbenheit 310.

Trimethylaminoxyd, Bestimmung in Fischkonserven 309.

Trinitronaphthalin, Bestimmung des Stickstoffs nach Kjeldahl durch Reduktion mit Zink 135.

Trockengemüse, Untersuchung 310.

Trockensubstanz, Bestimmung in Zwiebeln mittels des Refraktometers 311.

Trübungsmesser zur Bestimmung der Mahlfeinheit 155.

Überlaufviscosimeter und seine Anwendung zur Bestimmung von Lösefähigkeiten organischer Flüssigkeiten für Celluloseester 290.

Überzüge, Prüfung auf Leichtmetallen 139. — Korrosionsschützende, Bestimmung der Dichte und der Auflagestärke 138.

Ungesättigtheit, Bestimmung des Grades in Kohlenwasserstoffen 47.

Unvergärbares, Bestimmung in Stärkesirup und technischem Stärkezucker 235.

Unverseifbares, Bestimmung, von Kohlenwasserstoffen 304; in Fetten 459; in der Lebensmittelchemie 304. — Untersuchung der Lichtbrechung bei Speisefetten und Ölen 215.
Uran, mikrogravimetrische Trennung von Nickel 293.

Vanadin, Reagens zum Nachweis, besonders in Stahl 276; Tüpfelnachweis im Stahl 118, 119. — Bestimmung in Ferromangan 111; potentiometrische Schnellbestimmung in hochlegierten Stählen, Gußeisen, Ferrolegierungen und Schlacken111.
Vanadinoxyd, Bestimmung in Portlandzement 153.
Verbrennungstemperatur, Bestimmung und Anwendung auf das Stadtgas 72.
Verdorbenheit, Bestimmung von Fischen und Fischwaren 309, 310.
Verzinkungen, galvanische, Prüfung 139, 140.
Vinylchlorid, Bestimmung in Divinyläther 204.
Viscositätsmessung 186. — Thermostatisches Bad für Viscositätsbestimmungen bei niedriger Temperatur 187.
Vitamin B_1 siehe unter Aneurin.
Vitamin C, Untersuchung des Gehaltes in Honigen 216.
Vitamin E siehe unter α-Tocopherol 213.

Wachse, technisch wichtige, Bestimmung in Mischungen 67.
Wachsemulsionen, gefärbte, Bestimmung von freiem Alkali 67.
Wachsgemische, Bestimmung der technisch wichtigsten Wachse 67.
Wärmedenaturierung, Bestimmung von Eiweißstoffen der Ölsamen 460.
Wärmeverlust, durch kleine Mengen unverbrannter Rauchgase verursachter, calorimetrische Bestimmung 75.
Wasser, Bestimmung, der freien Kohlensäure 349; in Alkohol 298.
Wasserdurchlässigkeit, Bestimmung von Kunststoff-Folien 149.
Wasser-Eiweiß-Verhältnis, Schnellbestimmung in Fleischwaren 308.
Wassergehalt, Bestimmung, von Melassen und Sirupen 230; in Gur (primitives Rohzuckerprodukt) und Melassen 230; in Schokolade 315. — Fremdwasser, Bestimmung in Brühwürsten mit Hilfe der Feder-Zahl 306.
Weine, Bestimmung von Ascorbinsäure 213.
Weißzucker, Bestimmung von Saccharose und Invertzucker 234.
Wetterbeständigkeit, Prüfung von Anstrichen 143.
Wismut, Trennung von Blei als Wismutoxychlorid 108.
Wismutphosphat, Löslichkeit in Salpetersäure 7. — Einfluß fremder Anionen auf die Löslichkeit 8.
Wismutsulfid, thermisches Verhalten 98.
Wolfram, Tüpfelnachweis im Stahl 118, 119.
Würzen, Bestimmung von Ascorbinsäure 213.
Wurst, Nachweis von kleinsten Knochenteilchen 309. — Nachweis und Bestimmung von Magermilchpulver 308. — Bestimmung, von Sojabohnenprotein 308; des Paprikagehaltes 308. — Beurteilung der Berliner frischen Blut- und Leberwurst 309. — Brühwürste, Bestimmung des Mineralstoffgehaltes 309.
Wurstwaren, Schnellbestimmung des Fettgehaltes 306.

Zähigkeit, mechanische Messung an Fleisch 308. — Kinematische, Bestimmung mit technischen Viscosimetern 75.
Zellwollen, Unterscheidungsmerkmale 145. — Untersuchungsverfahren 146.
Zement, Bestimmung der Abbindewärme 152.
Zementmörtel, Bestimmung der Schwindung beim Trocknen 153.
Ziegel, reinfarbige, Bestimmung der für die Herstellung notwendigen Menge Bariumcarbonat 154.
Zimmerluft, Bestimmung von Trichloräthylendämpfen 65.
Zink, empirische mercurimetrische Bestimmung 123; jodometrische Bestimmung in Nahrungsmitteln 221; colorimetrische Mikrobestimmung 461. — Trennung von Cadmium mit Hilfe von granuliertem Aluminium 124.
Zinksulfid, Filtration 110.
Zinküberzüge, Messung der Dicke auf Stahl 120.

Zinkweiß, Bestimmung der Teilchenfeinheit 145.
Zinn, Schnellbestimmung in Lettermetallen 157.
Zinnüberzüge, Bestimmung, der Dichte und der Auflagestärke auf Eisen 138; auf Eisenblechen 140; auf Kupfer 141. — Feststellung der Poren auf Kupfer 139.
Zuchtmaterial, refraktometrische Fettbestimmung 214.
Zucker, lösliche und unlösliche, Vorherbestimmung in Diabetikermehlen und -brot 234. — Reduzierende, Bestimmung 236; colorimetrische 234; in Zuckergemischen 296, 298.
Zuckerarten, Bestimmung in Schokoladen 234.
Zuckerfabrikation, Kontrolle des Kochprozesses 230. — Analyse von Endbagasse 231. — Apparat zur Digestion größerer Mengen Schnitzel 232. — Gehalt der Schnitzel an Pülpe 232.
Zuckergemische, Dextrose, Lävulose, Maltose und Lactose enthaltende, Analyse 296.
Zuckerprodukte, polarimetrische Bestimmung des Mannits 233. — Analyse unter Vermeidung von polarimetrischen Umrechnungen 233.
Zuckerrohrsäfte, Schnellbestimmung von Phosphor 232.
Zuckerrüben, colorimetrische Bestimmung des schädlichen Amidstickstoffs 232; Bestimmung des nicht auslaugbaren Anteils der Rübe und der süßen Schnitzel 232.
Zuckerrübensäfte, Bestimmung der Proteine 233.
Zuckersäfte, Mikrobestimmung von Kalk mittels Seifenlösung 231.
Zuckerwaren, Bestimmung des Gehaltes an Samenkernen 383.
Zuckerwürfel, Bestimmung der Lösungsdauer 232.
Zuckerzusatz, Bestimmung in Gebäcken 220.
Zündpunkt, Bestimmung mittels verschiedener Apparate 72.
Zwiebeln, Bestimmung der Trockensubstanz mittels des Refraktometers 311.